الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE وزارة التعليم العالي والبحث العلمي MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE جامعة أمحمد بوقرة – بومرداس UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA DE BOUMERDES FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE BIOLOGIE



Mémoire de fin d'études

En vue de l'obtention du diplôme de MASTER Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie Filière : Sciences Biologiques Spécialité : Biochimie Appliquée



Contribution à l'étude de la variabilité phytochimique temporelle de l'huile essentielle de feuilles de *Syzygium cumini* (L.) Skeels.

Présenté par :

Melle ELKORICHI Bouchera, Melle LARIBI Fatma Hadjer & Melle SEMMADI Roqiya

Soutenu le 17 /10/2021 devant le jury composé de :

| Mme BRENKIA O., MCA, UMBB | Présidente |
|---------------------------------|--------------|
| Mme HALLADJ F., MCB, UMBB | Examinateur |
| Mme NEGHLIZ H., MCB, UMBB | Promotrice |
| Mr. BENABDELKADER T., MCA, UMBB | Co-Promoteur |

-2020/2021-



REMERCIEMENT

Avant toutes choses, nous remercions Dieu, le tout puissant pour nous avoir donné la force et la patiente, pour achever ce mémoire.

Tout d'abord, nous tenons particulièrement à remercier notre promotrice Mme Neghliz Hayet qu'elle trouve ici l'expression de notre profonde reconnaissance tant pour avoir accordé sa confiance, sa grande disponibilité et ses précieux conseils, son aide et le temps qu'elle nous a consacré pour la réalisation de ce travail.

Nous tenons à remercier notre Co-promoteur **Mr. Benabdelkader T.**, pour sa gentillesse, pour ses conseils précieux et surtout pour sa disponibilité et pour ses qualités humaines et scientifiques.

Nos remerciements vont aux membres de jury, **Mme Brenkia O.** et **Mme Halladj F.** pour l'honneur qu'ils nous ont fait en acceptant d'examiner et de juger ce travail.

Notre reconnaissance va également à tous les enseignants du département de science de la Nature et de la Vie de l'université M'HAMED BOUGUERA-BOUMERDES pour l'aide pendant notre formation d'étude.

Enfin, nos remerciements s'adressent à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.



Merci Allah de m'avoir donné la capacité d'écrire et de réfléchir, la force d'y croire et la patience d'aller jusqu'au bout du rêve... À celle qui m'a donné la vie, le symbole de tendresse, qui s'est sacrifiée pour mon bonheur et ma réussite, ma mère 'Wahiba'. À l'école de mon enfance, qui a été mon ombre durant Toutes les années de mes études, et qui a veillé tout au long de ma vie à m'encourager, à me donner de l'aide et à me protéger, mon père'Yahia'.

A mes sœurs: Hanane, Zineb et Anfel
A mes cher frère: Zakaria, Salah ELdine, Hodaifa, Abed Elmalek et Youcef
A mes chers tantes, ancles, cousins, cousines et surtout: mes ancles moussa et omar, mes tantes Malika,
Atika, Mouna et Fouzia

A toute ma famille.

A mes proches : Amira, Chaima, Aldjiya, Ghada, Hayat, Siham, djamila, Racha A mes princesses : Anayis, Fatima, Lamis, douae.

A ma meilleure amie et la plus fidèle : Hadjer.

A ma chère amie Rokaia.

A toutes mes amies et surtout : Dalila, Imen, Dalal, Yousra

A ceux qui m'ont appris des connaissances utiles « mes distingués

Professeurs ».

A tous qui ont participé dans ce travail.....

A mes amies de la promotion de master Biochimie appliqué. A tous ceux que je l'aime....

Bouchera



Louange à Dieu, le Tout Puissant, qui nous a permis de mener à bien ce modeste travail.

On dit « les mots s'envolent, seuls les écrits restent » c'est pour cela que je vous écris ces petits mots.

C'est avec un très grand honneur que je dédie ce travail aux personnes les plus chères au monde :

> À celle qui m'a donné la vie, le symbole de tendresse, qui s'est Sacrifiée pour mon bonheur et ma réussite, ma mère SAMIRA.

À l'école de mon enfance, qui a été mon ombre durant Toutes les

Années de mes études mon père LOTFI.

À mes cher frère ISLEM WAHID DIRAR.

À toute ma Famille, Merci pour vos conseils, votre soutien, vos encouragements et surtout vos bénédictions et votre amour.

A mon binôme et ma meilleure amie BOUCHERA

A mon cher fiancé HAMZA ma moitié, merci pour la patience. Que dieu vous protége et garde a moi.

A mes amies et mes collègues de la promotion de master biochimie appliqueé

Hadjer

Dédicace

Je dédie ce modeste travail aux deux personnes que j'aime le plus dans la vie et qui méritent tout le respect du monde et qui trouvent ici le témoignage de mon amour profond et de mon dévouement infini ;

A mon cher père, **Mokhtar**, l'homme parfait du monde, mon idéal, mon principal et mon éducateur ;

À ma chère mère Fatima, la source de lumière, de miséricorde et de tendresse, l'incarnation de la patience et du sacrifice, la raison de mon existence et le soutien de ma vie ;

Que Dieu vous bénisse et vous garde heureux et en bonne santé. Toutes les louanges à mon père, le rayon de soleil auquel je m'accroche chaque jour.

Ma chère sœur Hadjer et Asmaa. L'amour qui nous unit chers, Pour mon frère, ils s'appellent tous Muhammad Al-Amin et Muhammad Al-Siddiq.

A mon fiancé et futur mari

A toute ma famille, de près ou de loin

À mes chers amis : Hadjer, Bouchra et tous mes amis qui sont toujours à mes côtés contre vents et marées, et tous ceux que j'aime dans ma vie.

Rogiya

Liste des Figures

| Figure I.1. | Structure de quelques alcaloïdes d'une importance économique | <u>Z</u> |
|---------------|---|------------|
| Figure I.2. | Formule développée et modèle 3D de l'unité isoprénique (C5H8) | 8 |
| Figure I.3. | Exemples d'huiles essentielles issues de différentes parties de plantes | <u>12</u> |
| Figure I.4. | Structure de quelques monoterpènes | <u>13</u> |
| FigureI.5. | Structure de quelques sesquiterpènes | <u>14</u> |
| Figure I.6. | Structures de quelques composés aromatiques dérivés de phénylpropane | <u>14</u> |
| Figure I.7. | Montage utilisé pour l'hydrodistillation des huiles essentielles | <u>17</u> |
| Figure I.8. | Montage de la distillation par entrainement à la vapeur d'eau | <i>18</i> |
| Figure I.9. | Principe schématisé de l'extraction des HEs par micro-ondes | <u> 19</u> |
| Figure I.10. | Presse hydraulique pour la méthode d'expression à froid | <u>20</u> |
| Figure I.11. | Syzygium cumuni (L.) Skeels | <u> 28</u> |
| Figure I.12. | Carte géographique de la répartition de S. cumini | <u>29</u> |
| Figure II.1. | Site géographique de la récolte de <i>S. cumini</i> utilisée dans cette étude | <u>32</u> |
| Figure II.2. | Montage Clevenger d'hydrodistillation | <u>33</u> |
| Figure III.1. | Chromatogrammes ioniques totaux (GC/MS) de l'huile essentielle des | |
| | feuilles de différentes récoltes (janvier, mars et mai) de Syzygium cumini | |
| | algérienne | <u>38</u> |
| Figure III.2. | Variabilité des teneurs des classes chimiques et le total identifié de l'HE | |
| | des feuilles de <i>Syzygium cumini</i> à travers les trois récoltes | <u>41</u> |
| Figure III.3. | Variabilité des teneurs des constituants majoritaires de l'HE des feuilles de | |
| | Syzygium cumini à travers les trois récoltes | <u>41</u> |
| Figure III.4. | Dendrogramme de l'analyse du cluster hiérarchique des HEs de feuilles | |
| | de plusieurs populations de S. cumini d'origine algérienne, brésilienne, | |
| | indienne et égyptienne | <u>47</u> |

Liste des Tableaux

| Tableau I.1. | Classification des composés phénoliques | <u>6</u> |
|----------------|--|-----------|
| Tableau I.2. | Classification des terpénoïdes | <u>8</u> |
| Tableau II.1. | Conditions opératoires GC-MS utilisées pour l'analyse des HEs de S. cumini | <u>34</u> |
| Tableau III.1. | Compositions phytochimiques (variabilité) de l'huile essentielle des feuilles de <i>Syzygium cumini</i> algérienne | <u>38</u> |
| Tableau III.2. | Rendement et composition chimique majeure des huiles essentielles de <i>S. cumuni</i> dans la littérature | <i>45</i> |

Liste des abréviations

S. cumini Syzygium cumini

GC-MS Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de

masse

HE Huile essentielle IR Indices de retention

Rdt Rendement

TR Temps de retention

تلخيص:

مساهمة في دراسة التباين الكيميائي النباتي الزمني للزيت العطري لأوراق نبات: (Syzygium cumini skeels (L

Syzygium cumini هو نبات طبي استوائي يستخدم على نطاق واسع في الطب التقليدي. في إطار تثمين النباتات الطبية والعطرية الجزائرية، تتم في هذا العمل تحديد التركيب الكيميائي للزيت الاساسي لأوراق نبات Syzygium cumin المزروع في منطقة بومرداس (الجزائر)، المحصود في3 فترات مختلفة (جانفي، مارس ومايو).

أظهر تحلّيل الكروماتوغّرافيا الغازية المقترُنة بمطيافية الكتلة وجُود 31 مركب: 23 في الزيت الاساسي للأوراق المحصودة في جانفي، 22 في الأوراق المحصودة في مارس و27 في تلك المحصودة في ماي تمثّل 85.35٪، 88.80٪ و89٪ من المحتوى الكلي للزيوت المدروسة على الترتيب. لوحظ تباين كمي وكيفي في التركيب الكيميائي للزيوت الاساسية المدروسة.

اوكسيد الكاربونيلات ($(6.52)^{\circ}$) و $(6.52)^{\circ}$ و وديسمول ($(6.9.8)^{\circ}$) هي المركبات الأساسية في الزيت الاساسي للاوراق المحصودة في جانفي. الهيقز اديكانويد ($(6.78)^{\circ}$) و ل

في حين ال α-بينَان (â.48),أوكسيد الكاربوفَيلان (â.00ُ0ُ) وحمض الهيقزاديكانويَد (17.88%) هي المركبات الاساسية للزيت الاساسي للاوراق المحصودة في شهر ماي.

الكلمات المفتاحية:

Syzygium cumini , الزيوت الاساسية ,الكروماتوغرافيا الغازية (مطيافة الكتلة) ,الاوراق, تاريخ الحصاد.

Résumé

Contribution à l'étude de la variabilité phytochimique temporelle de l'huile essentielle de feuilles de *Syzygium cumini* (L.) Skeels.

Syzygium cumini est une plante médicinale tropicale très utilisée en médecine traditionnelle. Dans le cadre de la valorisation des plantes médicinales et aromatiques Algérienne, nous avons déterminé dans ce travail la composition chimique de l'huile essentielle des feuilles de *Syzygium cumini, cultivée* dans la région de Boumerdes (Algérie), récoltée sur trois périodes différentes (Janvier, Mars et Mai). L'analyse par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS) a permis l'identification de 31 constituants : 23 dans l'HE des feuilles récoltées en mois de Janvier, 22 dans les feuilles récoltées au mois de Mars, et 27 pour celles récoltées au mois de Mai représentant 85,35%, 88,80% et 89% du contenu total des huiles analysées, respectivement. Une variabilité quantitative et qualificative de la composition chimique des huiles étudiées a été observée. L'oxyde de caryophyllene (16,52%) et l' α -Eudesmol (9,16%), sont les constituants majoritaires de l'HE des feuilles récoltées en Janvier tandis que l'acide hexadecanoïque (17,88%) et β -caryophyllene (9,10%) sont identifiés dans l'HE des feuilles récoltées en Mars. Par contre, α -pinene (13,48%), oxyde de caryophyllene (10,06%) et acide hexadecanoïque (8,97%) sont les constituants majoritaires de l'HE des feuilles récoltées au mois de Mai.

Mots clés : Syzygium cumini, Huiles essentielles, GC-MS, Feuilles, période de récolte.

ABSTRACT

Contribution to the study of the phytochemical temporal variability of the essential oil of the leaves of *Syzygium cumini* (L.) Skeels.

Syzygium cumini is a tropical medicinal plant widely used in traditional medicine. As part of the valorization of Algerian medicinal and aromatic plants, we determined in this work the chemical composition of the essential oil (EO) from leaves of *Syzygium cumini*, cultivated in the region of Boumerdes (Algeria), harvested in three different periods (January, March and May). Analysis by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) allowed the identification of 31 constituents: 23 in the EO of leaves harvested in January, 22 in leaves harvested in March, and 27 for those collected in May representing 85,35%, 88,80% and 89% of the total content of the oils analyzed, respectively. A quantitative and qualitative variability in the chemical composition of the oils studied was observed. Caryophyllene oxide (16, 52%) and α -Eudesmol (9, 16%), are the major constituents of EO in leaves harvested in January. Hexadecanoic acid (17, 88%) and β -Caryophyllene (9, 10%) in EO of leaves harvested in March. On the other hand, α -pinene (13, 48%), caryophyllene oxide (10, 06%) and Hexadecanoic acid (8, 97%) are the major constituents of EO in leaves harvested in May.

Key words: Syzygium cumini, Essential oils, GC-MS, Leaf, Harvest time.

Sommaire

| ntroduction Générale | 0 |
|--|---------|
| Chapitre I Synthèse Bibliographique | 3 |
| I.1. Plantes médicinales et aromatiques, phytothérapie et aromathérapie : Défini | tions 4 |
| I.2. Métabolites secondaires | 5 |
| I.2.1. Définition | 5 |
| I.2.2. Classification. | 5 |
| I.2.2.1. Les composés phénoliques | 5 |
| I.2.2.2. Les alcaloïdes | 7 |
| I.2.2.3. Les terpènes | 7 |
| I.3. Les huiles essentielles | 8 |
| I.3.1. Définition | 8 |
| I.3.2. Caractéristiques et propriétés physico-chimiques | 9 |
| I.3.3. Intérêt des huiles essentielles chez les plantes | 10 |
| I.3.4. Domaines d'application | 10 |
| I.3.4.1. En cosmétologie et parfumerie | 10 |
| I.3.4.2. En industrie alimentaire | 10 |
| I.3.4.3. En médecine et pharmacie | 11 |
| I.3.5. Répartition botanique | 11 |
| I.3.6. Localisation dans la plante | 11 |
| I.3.7. Composition chimique | 12 |
| I.3.7.1. Les terpènes | 13 |
| I.3.7.2. Les composés aromatiques | 14 |
| I.3.8. Notion de chémotype (chimiotype) de la plante | 15 |
| I.3.9. Facteurs influençant la composition chimique des HEs | 15 |
| I.3.9.1. Facteurs intrinsèques | 15 |
| I.3.9.2. Facteurs extrinsèques | 16 |
| I.3.10. Méthodes d'extraction des huiles essentielles | 16 |
| I.3.10.1. La distillation | 16 |
| I.3.10.2. Extraction par le CO ₂ supercritique | 18 |
| I.3.10.3. Extraction par ultrasons | 18 |
| I.3.10.4. Extraction par Micro-ondes | 19 |
| I.3.10.5. Expression à froid | 19 |

| I.3.11. Analyse des huiles | 20 |
|--|----|
| I.3.11.1. Chromatographie en phase gazeuse (CPG) | 20 |
| I.3.11.2. Chromatographie en phase gazeuse couplée avec la spectrométrie de (GC/MS) | |
| I.3.12. Activités biologiques des huiles essentielles | 21 |
| I.3.12.1. Activité antimicrobienne | 21 |
| I.3.12.2. Activité antioxydante | 23 |
| I.3.12.3. Activité anti-inflammatoire | 23 |
| I.3.12.4. Activité anti-cancéreuse | 24 |
| I.3.12.5. Activité insecticide | 24 |
| I.3.13. Toxicité des huiles essentielles | 24 |
| I.4. Aperçu sur la famille <i>Myrtaceae</i> | 25 |
| I.5. Le genre Sygygium Gaertn | 26 |
| I.6. Syzyguim cumuni (L.) Skeels | 26 |
| I.6.1. Classification Botanique | 26 |
| I.6.2. Description botanique (Morton, 1987; Orwa, 2009) | 27 |
| I.6.3. Répartition géographique | 28 |
| I.6.4. Utilisation thérapeutique de S. cumini | 29 |
| I.6.5. Travaux antérieurs sur S. cumini | 30 |
| Chapitre II Matériel et Méthodes | 31 |
| II.1. Matériel végétal | 32 |
| II.2. Extraction des huiles essentielles | 33 |
| II.2.1. Hydrodistillation | 33 |
| II.3. Analyse des huiles essentielles de S. cumini par chromatographie gazeuse | 34 |
| II.3.1. Analyse des huiles essentielles par couplage chromatographie gazeuse- spectrophotométrie de masse (GC-MS) | 34 |
| II.3.2. Identification des composés volatils | 35 |
| II.3.3. Quantification des composés volatils | 35 |
| II.4. Analyse statistique cluster hiérarchique | 35 |
| Chapitre III Résultats et Discussions | 36 |
| III.1. Caractérisation phytochimique des huiles essentielles de S. cumini | 37 |
| III.1.1. Résultats | 37 |
| III.1.2. Discussion | 42 |
| Conclusion et Perspectives | 10 |

| • | • |
|-----|-------|
| Som | maire |
| | |

| Références Bibliographiques | 52 |
|-----------------------------|----|
| | |

Introduction Générale

Introduction générale

L'utilisation des plantes pour leurs vertus médicinales est une pratique très ancienne. Elle trouve ses origines dans les plus grandes civilisations de l'orient et de l'occident. Comme en témoignent les textes rédigés plusieurs millénaires avant notre époque, les sumériens, les égyptiens, les chinois et les indous, possédaient toute une panoplie de remèdes à base de plantes (Clément, 2005).

De nombreux composés naturels isolés à partir de plantes ont démontré un large spectre d'activités biologiques. Parmi ces différents types de substances naturelles, les huiles essentielles des plantes aromatiques et médicinales ont reçu une attention particulière comme agents naturels à grand potentiel pour le traitement de certaines maladies infectieuses pour lesquelles les antibiotiques de synthèse deviennent de moins en moins actifs ou dans la conservation des aliments contre l'oxydation ou comme alternatives aux produits chimiques (Farnsworth et al., 1986). En outre, les huiles essentielles se sont avérées avoir divers effets pharmacologiques: comme antispasmodique, carminative, hépatoprotecteur, antiviraux, anticancéreux (Bowles, 2004; Lahlou, 2004) et antioxydants (Viuda-Martos et al., 2011). Ces mélanges complexes peuvent renfermer une centaine (et parfois plus) de constituants. La valorisation de ces substances naturelles nécessite de passer préalablement par une étape de caractérisation de leur composition chimique, permettant ainsi de les caractériser, d'en contrôler la qualité et de mettre en évidence une éventuelle spécificité. Partant de ce constat, nous nous sommes intéressés dans le présent travail à l'étude de la composition chimique de l'huile essentielle d'une plante médicinale et aromatique très utilisées en médecine traditionnelle. Il s'agit de Syzygium cumini (L.) Skeels.

Syzygium cumini (L.) Skeels est une espèce tropicale appartenant à la famille des Myrtacées. Cette espèce a fait l'objet de plusieurs études photochimiques qui ont rapporté sa richesse en certains métabolites secondaires (Ayyanar & Subash-Babu, 2012; Mahmoud et al., 2001; Sukmasari et al., 2018). D'après nos connaissances, il n'existe à ce jour, aucune étude pyhtochimique sur S. cumini cultivée en Algérie. Ce présent travail a pour objectif de déterminer la composition chimique de l'huile essentielle des feuilles de cette espèce cultivée dans la région de Boumerdes et la recherche d'éventuelles variations saisonnières.

Le manuscrit de ce mémoire est structuré comme suit :

- -Le premier chapitre correspond à une synthèse bibliographique décrivant les notions essentielles liées au contexte global de notre travail (les plantes médicinales et aromatiques, les huiles essentielles, utilisation et travaux antérieurs réalisés sur l'espèce étudiée).
- -Le deuxième chapitre est consacré à l'expérimentation relative à l'extraction de l'huile essentielle et son analyse chimique.
- -Le troisième chapitre a été consacré à la présentation des résultats obtenus et leurs discussions au regard des données bibliographiques.

Au terme de ce mémoire, nous présenterons une conclusion dans laquelle nous rappellerons les principaux résultats obtenus, puis nous proposerons quelques perspectives pour notre étude. Enfin, nous exposerons les références bibliographiques.

Chapitre I Synthèse Bibliographique

I.1. Plantes médicinales et aromatiques, phytothérapie et aromathérapie : Définitions

▶Plante médicinale

Une plante est dite médicinale quand elle possède des vertus pour soulager, prévenir ou guérir. Ces vertus peuvent se trouver dans les feuilles, les racines de la plante médicinale, ou parfois dans les trois parties. Selon Schauenberg et Paris (2006), une plante médicinale est toute plante renfermant un ou plusieurs principes actifs capables de prévenir, soulager ou guérir des maladies.

▶Plante aromatique

Les plantes aromatiques sont, par définition, des plantes dont les tissus sécrètent suffisamment d'essence. Elles contiennent des composés odorants, volatils, hydrophobes et hautement concentrés appelés huiles essentielles (ou huiles volatiles ou éthérées) dans un ou plusieurs de leurs organes (feuilles, fleurs, fruits, graines, écorces, racines) (Brenes & Roura, 2010). Toute plante à odeur n'est pas toujours une plante aromatique : le tilleul est un arbre odorant, mais il n'existe pas d'huile essentielle de tilleul (Bechaalany, 2005).

≻Phytothérapie

Est un mot d'origine grecque : « phyto » qui veut dire plante et « therapeuein » qui veut dire soigner. Autrement dit, au sens étymologique, c'est « la thérapeutique par les plantes » ; elle utilise les plantes ou les formes immédiatement dérivées des plantes, en excluant les principes actifs purs issus de celles-ci. Les plantes sont consommées sous plusieurs formes : en l'état (infusions) ou après transformation (extraits, médicaments à base de plantes, etc.) (Gazengel & Orecchioni, 2013; Hmamouchi, 1999).

▶ Aromathérapie

L'aromathérapie (grec « arôma » = arôme, grec « therapeia » = soin, cure), est l'utilisation médicale des extraits aromatiques de plantes (essences et huiles essentielles). Par contre, la phytothérapie c'est l'usage de l'ensemble des éléments d'une plante (Belaïche, 1979).

I.2. Métabolites secondaires

I.2.1. Définition

La plante est le siège d'une activité métabolique aboutissant à la synthèse des métabolites primaires et secondaires (Hartmann, 2007). Les métabolites primaires (sucres simples, acides aminés, protéines, acides nucléiques et organiques) sont des produits issus directement de la photosynthèse, participent à la structure de la cellule végétale ainsi qu'à son fonctionnement de base (Hopkins, 2003). Ces métabolites sont aussi définis comme des molécules qui se trouvent dans toutes les cellules végétales et, nécessaires à leur croissance et à leur développement (Raven et al., 2000). Par opposition, les métabolites secondaires ne sont pas produits directement lors de la photosynthèse, mais sont synthétisés à partir des métabolites primaires et résultent de réactions chimiques ultérieures. Leurs rôles dans la physiologie de la plante ne sont pas encore tous élucidés. Ces composés sont limités à certaines espèces de végétaux et sont importants pour la survie et la valeur adaptative des espèces qui les synthétisent (Croteau et al., 2000; Raven et al., 2000). Ces métabolites secondaires ont pour rôle la défense de la plante contre les herbivores, les pathogènes, les parasites ou l'inhibition de la germination et la croissance des plantes concurrentes (l'allélopathie) (Baskin et al., 1967). Ils ont aussi un rôle très important dans les interactions de la plante avec son environnement, telle que l'attraction des insectes pollinisateurs (Greathead, 2003). Ces métabolites secondaires représentent une source importante de molécules utilisables par l'homme dans des domaines aussi différents que la pharmacologie ou l'agroalimentaire (Herbert, 1989).

I.2.2. Classification

Les métabolites secondaires sont classés en trois grands groupes : les composés phénoliques, les terpènes et les alcaloïdes (Verpoorte, 1998). Chacune de ces classes renferme une très grande diversité de composés qui possèdent une très large gamme d'activités en biologie humaine.

I.2.2.1. Les composés phénoliques

Les polyphénols constituent le groupe de métabolites secondaires le plus riche et le plus largement distribué dans le royaume des végétaux, avec plus de 8000 structures phénoliques connus (Lugasi, 2003). Ils se caractérisent par la présence d'un noyau

benzénique portant un groupement hydroxyle libre ou engagé dans une fonction tel que : éther, ester, hétéroside (Bruneton, 1999). Les polyphénols sont classés selon le nombre d'atomes de carbone dans le squelette de base (Dacosta, 2003). Il existe plusieurs classes de polyphénols, principalement, les acides phénoliques simples, stilbènes, coumarines, tanins, quinones, flavonoïdes, lignanes, lignines et xanthones (Tab. I.1).

Tableau I.1. Classification des composés phénoliques (Garcia-Salas et al., 2010)

| Numéro de carbone | Classe | Structure de base |
|--|-----------------------|---|
| C ₆ | Phénol simple | Он |
| C_6 | Benzoquinones | o=\o |
| C ₆ -C ₁ | Acide benzoïque | СООН СН3 |
| C_6 - C_2 | Acétophénones | Соон |
| C ₆ -C ₃ | Acide phénylacétique | СООН |
| C_6 - C_3 | Acide cinnamique | |
| C ₆ -C ₃ | Phénylpropène | OÙ" |
| C ₆ -C ₃ | Coumarines | S. |
| C ₆ -C ₃ | Chromones | \$ |
| C_6C_4 | Naphthoquinones | 9 |
| C_6 - C_1 - C_6 | Xanthones | ano |
| C ₆ -C ₂ -C ₆ | Stilbènes | ಯೆಂ |
| C_6 - C_2 - C_6 | Anthraquinones | ~~0 |
| $C_6-C_3-C_6$ | Flavonoïdes | |
| $(C_6-C_3)_2$ | Lignanes, neolignanes | Polymbro kárza k |
| $(C_6-C_1)_n$ | Tannins hydrolysables | Polymère hétérogène composé d'acide phénolique et sucres simples |
| $(C_6-C_3)_n$ | Lignines | Aromatique hautement réticulé polymère |

I.2.2.2. Les alcaloïdes

Un alcaloïde est un composé organique d'origine naturelle (le plus souvent végétale), azoté, plus ou moins basique, de distribution restreinte et doué, à faible dose, de propriétés pharmacologiques marquées (Bruneton, 1999). La plupart des alcaloïdes sont issus des acides aminés (Loomis & Croteau, 1980). Ils sont présents dans environ 20% des espèces végétales et confèrent un rôle défensif contre les herbivores et les attaques d'agents pathogènes (Fraga, 1988; Hegnauer, 1988). Un grand nombre d'alcaloïdes biologiquement actifs ont été isolés de plantes (Fig. I.1).

On distingue généralement (Bruneton, 1999):

Alcaloïdes vrais, dérivés d'acides aminés, et qui présentent au moins un hétérocycle.

➤ Proto-alcaloïdes, qui dérivent d'acides aminés, dont l'azote n'est pas inclu dans le système hétérocyclique.

➤ Pseudo-alcaloïdes, présentent le plus souvent toutes les caractéristiques des alcaloïdes vrais, mais ne sont pas des dérivés des acides aminés.

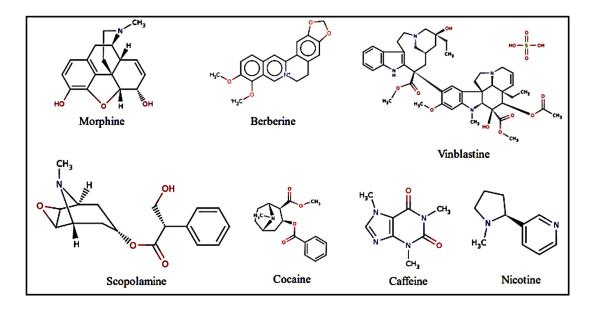


Figure I.1. Structure de quelques alcaloïdes d'une importance économique (Olivoto *et al.*, 2017).

I.2.2.3. Les terpènes

Les terpénoïdes constituent la classe structurellement la plus diversifiée de métabolites secondaires, contiennent plus de 40,000 composés (Bohlmann & Keeling, 2008). Tous les terpénoïdes sont dérivés d'un squelette isopentène ramifié répété, généralement appelé unités isoprène (Croteau *et al.*, 2000) (**Fig. I.2**). Le nombre d'unités incorporées dans un terpène particulier sert de base à la classification, beaucoup d'entre

eux ont une activité pharmacologique et sont utilisés pour le traitement de maladies tant chez l'homme que chez l'animal (Beaulieu & Baldwin, 2002). La classification des terpénoïdes est comme illustré par le Tableau I.2.

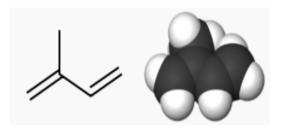


Figure I.2. Formule développée et modèle 3D de l'unité isoprénique (C5H8) (National Center for Biotechnology Information)

| Tableau I.2. | Classification | des terpénoïdes | (Kogan et al., 2006) |
|--------------|----------------|-----------------|----------------------|
|--------------|----------------|-----------------|----------------------|

| Nombre de carbone | Nom | Exemple |
|-------------------|----------------|--|
| C_5 | Hemiterpènes | Isoprène, prenol, Acide isovalerique |
| C_{10} | Monoterpènes | Limonène, eucalyptol, pinene |
| C_{15} | Sesquiterpènes | ABA (acide abscicique) |
| C_{20} | Diterpènes | Gibberellin |
| C_{30} | Triterpènes | Brassinosteroide, squalen, lanostérole |
| C_{40} | Tetraterpènes | Caroténoides, lycopène |
| $C_{>40}$ | Polyterpènes | Vitamine E |

Notre travail s'orientera vers l'étude des huiles essentielles, pour cela c'est ce type de métabolites secondaires qui sera détaillé dans ce chapitre.

I.3. Les huiles essentielles

I.3.1. Définition

Ce sont des mélanges naturels complexes de métabolites secondaires lipophiles, volatils, odorants et souvent liquides contenus dans des tissus végétaux spécialisés (Bruneton, 1993; Kalemba & Kunicka, 2003). Selon la norme AFNOR NF'T 75-006, «L'HE désigne le produit obtenu à partir d'une matière première d'origine végétale, soit par entraînement à la vapeur, soit par des procédés mécaniques à partir de l'épicarpe, soit par distillation « sèche ». Elle est ensuite séparée de la phase aqueuse par des procédés physiques» (Afnor, 2000). Cette définition détermine les huiles essentielles au sens strict mais, de ce fait, elle écarte les produits obtenus en employant d'autres procédés d'extraction, comme l'utilisation de solvants non aqueux ou l'enfleurage (Bruneton, 1999).

Il est important de distinguer huile essentielle et essence. Cette dernière est une sécrétion naturelle élaborée par l'organisme végétal, contenue dans divers types d'organes producteurs, variables selon la partie de la plante considérée. En revanche, une huile essentielle est le résultat d'extraction de l'essence, autrement dit, l'essence distillée (Besombes, 2008).

I.3.2. Caractéristiques et propriétés physico-chimiques

- ➤A température ambiante, la plupart des HEs sont liquides ; rarement visqueuses comme par exemple l'huile essentielle d'arbre de myrrhe. Certaines d'entre elles sont sous forme cristallisées comme par exemple l'HE de camphre (Franchomme *et al.*, 2001).
- ➤ A basse température, certaines cristallisent partiellement ou totalement; notamment l'HE d'anis, de menthe des champs ou de thym lorsque les flacons sont stockés au réfrigérateur. Rares sont celles qui se solidifient au froid comme pour l'HE de la tanaisie annuelle (Tanacetum annuum) (Franchomme *et al.*, 2001).
- ➤ Contrairement aux "huiles fixes" ou "huiles grasses", les HEs sont volatiles (Christine & Kate, 2011).
- ➤ La majorité des HEs sont plus légères que l'eau, très souvent leur densité est inférieure à 1 (densité de l'eau). Cependant, il existe des exceptions, quelques HEs ont une densité supérieure ou voisine à celle de l'eau comme par exemple l'HE d'écorce de cannelle de Ceylan, de clous de girofle (Franchomme *et al.*, 2001).
- ➤ Présentent une faible solubilité dans l'eau, mais solubles dans les graisses, alcools, solvants organiques et autres substances hydrophobes (Christine & Kate, 2011).
- ➤ Elles sont généralement translucides ou légèrement jaunes, mais certaines sont colorées comme par exemple l'HE de zeste de mandarine (Bruneton, 1999).
- ➤ Elles ont un indice de réfraction élevé et la plupart dévient la lumière polarisée (Bruneton (Bruneton, 1999).
- Sont altérables et sensibles à l'oxydation. Par conséquent, leur conservation nécessite de l'obscurité et de l'humidité. De ce fait, l'utilisation de flacons en verre opaque est conseillée (Couic-Marinier & Lobstein, 2013).

I.3.3. Intérêt des huiles essentielles chez les plantes

Le rôle exact des huiles essentielles dans la physiologie de la plante reste encore mal connu. Cependant, la diversité moléculaire des métabolites qu'elles contiennent, leur confère des propriétés biologiques très variées qui leur permettent d'exercer plusieurs effets utiles pour la plante tels que : repousser ou au contraire attirer les insectes pour favoriser la pollinisation, inhibition de la multiplication de la flore microbienne infectieuse (Bakkali *et al.*, 2008; Mann, 1987). Comme source énergétique, elles facilitent certaines réactions chimiques (Bakkali *et al.*, 2008). Dans les climats désertiques, elles permettent de conserver l'humidité de la plante. De plus, elles peuvent être utilisées comme moyen de compétition aux ressources environnementales par l'inhibition de la germination des graines des autres espèces de plantes ou par la limitation de la croissance de certaines espèces voisines (Bakkali *et al.*, 2008).

I.3.4. Domaines d'application

Les huiles essentielles constituent une matière première destinée à divers domaines :

I.3.4.1. En cosmétologie et parfumerie

Les HEs sont largement exploitées en industrie cosmétique grâce à leurs caractères organoleptiques, attribuées à l'ensemble de molécules volatiles issues des plantes aromatiques (Brud, 2010). L'industrie des cosmétiques, savonneries et parfums constitue le plus gros consommateur d'huiles essentielles (Balandrin *et al.*, 1985; Shahi *et al.*, 2009). Elle représente 60 % de la demande totale en substances naturelles, selon le National Research Development Corporation (NRDC) (Lubbe & Verpoorte, 2011).

Les HEs couramment utilisées comme ingrédients en parfumerie ainsi que dans les produits cosmétiques sont les HEs de citronnelle, de bois de cèdre, de lavandin, de patchouli, de thym, d'origan et bien d'autres (Fernandez & Chemat, 2012).

I.3.4.2. En industrie alimentaire

Les huiles essentielles sont utilisées dans l'industrie alimentaire pour rehausser le goût des aliments. Elles sont aussi utilisées pour la conservation des aliments grâce aux effets antimicrobiens et antioxydants de certains de leurs constituants (Burt, 2004; Shan *et al.*, 2005). L'HE du thym et du romarin est utilisée pour la conservation du *smen* par exemple (Teissedre & Waterhouse, 2000). Ces agents naturels viennent réduire ou remplacer les

agents de conservation chimiques ou synthétiques qui présentent des effets néfastes sur la santé (Miguel, 2010; Viuda-Martos *et al.*, 2009).

I.3.4.3. En médecine et pharmacie

Le potentiel thérapeutique des HEs montre leurs bienfaits vis-à-vis de plusieurs maladies telles que le cancer, les problèmes cardiovasculaires, les infections bactériennes et virales ainsi que le diabète (Edris, 2007).

Les HEs sont des ingrédients actifs dans de nombreux médicaments en vente libre. Par exemple, l'HE d'eucalyptus se trouve dans plus de 100 produits en vente libre (Beerling *et al.*, 2002), destinés principalement au traitement ou à la prise en charge des symptômes des infections des voies respiratoires supérieures (Christine & Kate, 2011). Un autre exemple est celui de l'ajout des HEs en tant que composant de pâte d'obturation canalaire en médecine dentaire et aussi comme ingrédient des antiseptiques (Burt, 2004).

I.3.5. Répartition botanique

Les huiles essentielles n'ont pas une présence générale chez les végétaux. Parmi les 1 500 000 espèces végétales recensées, seulement 10% sont capables de synthétiser une essence. Ces plantes sont alors dites « aromatiques » (Bruneton, 1999; Degryse et al., 2008). La capacité d'accumuler les huiles essentielles est cependant la propriété de certaines familles de plantes réparties au sein de l'ensemble du règne végétal, aussi bien représentées par la classe des gymnospermes (Cupressaceae (bois de cèdre) et Pinacea (pin et sapin)) que celle des angiospermes. Les familles les plus importantes sont les dicotylédones comme celles des *Apiaceae* (coriandre), *Asteracea* (camomille), *Geraniaceae* (géranium), Illiciaceae (anis), *Lamiaceae* (menthe), *Lauraceae* (cannelle), *Myristicaceae* (noix), *Myrtaceae* (eucalyptus), *Oleacea* (jasmin), *Rosacea* (rose), *Sandatalacea* (bois de santal) et *Rutacea* (citron). Les monocotylédones sont principalement représentées par les familles *Poacea* (vétiver) et *Zingiberaceae* (gingembre) (Khandelwal, 2008; Spichiger et al., 2002).

I.3.6. Localisation dans la plante

Les HEs peuvent être stockées dans tous les organes végétaux, végétatifs et reproducteurs (Fig.I.3), en particulier les sommités fleuries (lavande, menthe, bergamotier, tubéreuse), mais aussi les feuilles (citronnelle, eucalyptus, laurier) et bien que cela soit moins habituel, dans les écorces (cannelier), les bois (bois de rose, santal, camphrier), les racines

(vétiver), les rhizomes (curcuma, gingembre), les fruits (tout épices, anis, badiane), les graines (muscade) et les boutons floraux (clou de girofle) (Belaïche, 1979; Paris & Hurabielle, 1981).

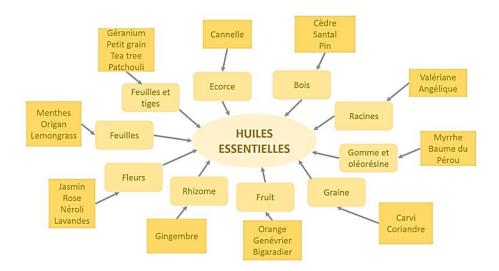


Figure I.3. Exemples d'huiles essentielles issues de différentes parties de plantes (www.sciencedirect.com)

La synthèse et l'accumulation des HEs sont fréquemment liées à la présence de structures histologiques spécialisées, qui se trouvent souvent sur ou à proximité de la surface de la plante. Ces structures peuvent être des cellules sécrétrices isolées (Lauracées, Magnoliacées et Pipéracées), des organes sécréteurs, regroupant les poches sécrétrices des Myrtacées et Aurantiacées ; les canaux sécréteurs des Apiacées et des Conifères et les poils sécréteurs des Lamiacées et Astéracées (Belaïche, 1979; Bruneton, 1999).

I.3.7. Composition chimique

Plus de 60 molécules différentes peuvent entrer dans la composition chimique d'une huile essentielle. Les composés majoritaires peuvent représenter, à eux seuls, plus de 85% de l'huile alors que d'autres composés ne sont présents qu'à l'état de traces (Senatore, 1996). L'ensemble de ces constituants appartient, de façon quasi exclusive, à deux groupes caractérisés par des origines biogénétiques distinctes : le groupe des terpénoïdes d'une part et le groupe des composés aromatiques dérivés du phénylpropane, beaucoup moins fréquents, d'autre part. Elles peuvent également renfermer divers produits issus d'autres familles des composés volatils tel que les dérivés d'acide gras (Bruneton, 1999).

I.3.7.1. Les terpènes

Déjà défini dans la section I.2.2.3., les monoterpènes et les sesquiterpènes constituent les deux types de terpènes les plus abondants au sein des HEs (Folliard, 2014).

- The second replacement plus de 900 composés connus, se trouvent principalement dans 3 catégories structurelles : les monoterpènes linéaires (acyclique) : (myrcène, ocimènes), les monoterpènes avec un cycle unique (monocycliques) : (α- et γ-terpinène, p-cymène) et ceux avec deux cycles (bicycliques) : (pinènes, $\Delta 3$ -carène, camphène, sabinène) (Allen *et al.*, 1977).
- FLes sesquiterpènes comportent trois unités d'isoprène, leur formule est C15H24 soit une fois et demi (sesqui) la molécule des terpènes (Belaïche, 1979). Les sesquiterpènes peuvent être également, comme les monoterpènes, acycliques (farnésol), monocycliques (humulène, α-zingibèrène) ou polycycliques (matricine, artéannuine, β-artémisinine) (Bruneton, 1999; Laouer, 2004). A titre indicatif, quelques structures de monoterpènes et de sesquiterpènes sont représentées sur les figures I.4 et I.5.

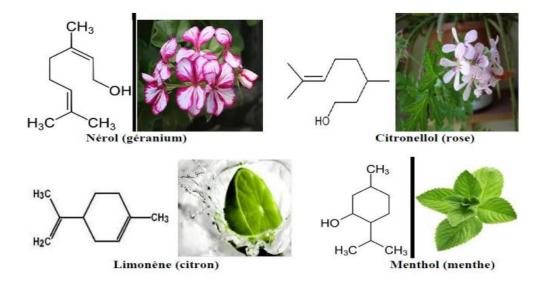


Figure I.4. Structure de quelques monoterpènes (https://www.researchgate.net/figure/Chemical-structures)

Figure I.5. Structure de quelques sesquiterpènes (https://www.researchgate.net/figure/Chemical-structures)

I.3.7.2. Les composés aromatiques

Les composés aromatiques des huiles essentielles sont principalement des dérivés du phénylpropane C₆-C₃. Ils peuvent comprendre des phénols (chavicol, eugénol), des aldéhydes (cinnamaldéhyde), des alcools (alcool cinnamique), des dérivés méthoxy (anéthol, estragol) ou méthylène dioxy (myristicine, safrole) (Bakkali *et al.*, 2008). La structure de quelques molécules est présentée dans la Figure I.6.

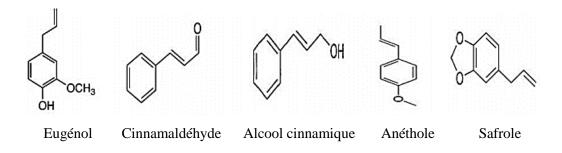


Figure I.6. Structures de quelques composés aromatiques dérivés de phénylpropane (Bakkali *et al.*, 2008)

I.3.8. Notion de chémotype (chimiotype) de la plante

La composition chimique de l'HE peut au sein d'une même espèce de plante présenter des profils chimiques ou chémotypes (chimiotypes) différents. Le chémotype est une référence spécifique qui indique le composant biochimique majoritaire ou distinctif, retrouvée dans l'HE (Couic-Marinier & Lobstein, 2013). C'est la caractéristique qui permet de distinguer des HEs extraites d'une même variété botanique, mais avec des compositions biochimiques différentes. Cette classification permet de choisir les bonnes huiles pour une utilisation plus précise, plus sûre et plus efficace. Il est important de noter que les HEs à chémotype différents présentent non seulement des activités différentes, mais aussi des toxicités très variables (Pibiri, 2006).

I.3.9. Facteurs influençant la composition chimique des HEs

Les huiles essentielles présentent une très grande variabilité, tant au niveau de leur composition, qu'au plan du rendement des plantes d'origine. Cette variabilité est fondamentale, car les activités biologiques qui découlent des huiles essentielles peuvent être très différentes (Bruneton, 1999; Garnero, 1991). Cette variabilité peut s'expliquer par différents facteurs d'origine intrinsèque, spécifiques du bagage génétique de la plante ou extrinsèque, liés aux conditions de croissance et de développement de la plante (Morin & Richard, 1984).

I.3.9.1. Facteurs intrinsèques

➤ L'espèce

La composition chimique d'une huile essentielle, varie selon l'espèce productrice (Padrini *et al.*, 1996). Il est donc nécessaire de s'assurer de l'identité de la plante que l'on veut extraire en précisant le genre, l'espèce et la sous espèce.

➤ <u>L'organe</u>

La composition et le rendement d'une huile essentielle varient selon la partie de la plante à partir de laquelle, elle est extraite (Kaul *et al.*, 2003).

Le chémotype

Le premier paramètre influençant la composition chimique d'une plante est sa biosynthèse et donc son profil génétique. C'est la raison pour laquelle, une même espèce peut présenter plusieurs chémotypes de profils chimiques différents. Il existe de nombreux exemples d'un tel phénomène, notamment chez le thym, la sauge, etc. (Fellah *et al.*, 2006; Thompson *et al.*, 2003).

Le cycle végétatif

La constitution d'une huile essentielle, peut varier tout au long du développement de la plante d'origine. Des variations parfois très importantes sont couramment observées dans certaines espèces. C'est le cas de l'HE de basilic *Ocimum gratissimum*, qui contient 90% d'Eugénol quand la plante est jeune, contre une majorité de Thymol et de monoterpènes à maturité (Courtial, 2005). De ce fait, le choix d'une date de récolte s'impose (récolte avant, pendant ou après la floraison).

I.3.9.2. Facteurs extrinsèques

Il existe beaucoup de facteurs externes pouvant affecter la composition chimique de l'HE. La température, le taux d'humidité, la durée d'ensoleillement, la pluviométrie, les conditions édaphiques (composition du sol), ainsi que la technique d'extraction, représentent autant de causes potentielles de variation de la composition chimique de l'HE (Bruneton, 1999).

I.3.10. Méthodes d'extraction des huiles essentielles

Les principales méthodes d'extraction des HEs couramment utilisées sont :

I.3.10.1. La distillation

Il s'agit de la technique d'extraction des huiles essentielles utilisant l'entrainement des substances aromatiques grâce à la vapeur d'eau. Il existe précisément trois différents procédés utilisant ce principe : l'hydrodistillation, l'hydrodiffusion et l'entrainement à la vapeur d'eau (Mann, 1987).

➤ L'Hydrodistillation

Il s'agit de la méthode la plus simple et de ce fait la plus anciennement utilisée. Elle consiste à porter un mélange (eau - produit naturel), à ébullition pour faire « éclater » les cellules végétales qui renferment les composés organiques odorants, puis à condenser les vapeurs qui se dégagent et entraînent avec eux ses composés (huiles essentielles)(Bruneton, 1999). La condensation provoque la séparation du mélange gazeux en deux phases liquides,

une supérieure, dite huile essentielle, contenant la majorité des composés odorants et l'autre inférieure, dite eau aromatique, qui n'en contient que très peu de composés odorants (Fig.I.7). Le chauffage, prolongé et trop puissant, engendre la dégradation de certaines molécules aromatiques (Lucchesi, 2005).

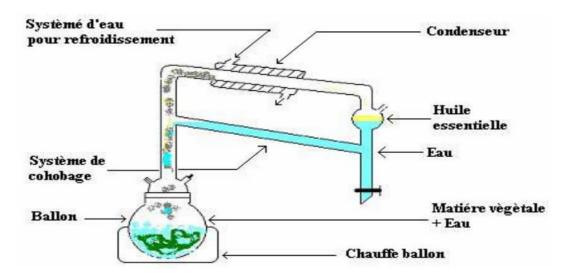


Figure I.7. Montage utilisé pour l'hydrodistillation des huiles essentielles (Hernandez Ochoa, 2005)

➤ L'hydrodiffusion

Elle consiste à pulvériser de la vapeur d'eau à travers la masse végétale, du haut vers le bas. Ainsi le flux de vapeur traversant la biomasse végétale est descendant contrairement aux techniques classiques de distillation dont le flux de vapeur est ascendant. L'avantage de cette technique est traduit par l'amélioration, qualitative et quantitative de l'huile récoltée, l'économie de temps, de vapeur et d'énergie (Bassereau *et al.*, 2007).

L'entrainement à la vapeur d'eau

La méthode de distillation à la vapeur (Fig. I.8) est la technique la plus largement appliquée. Fondamentalement, le processus commence par le chauffage de matériel végétal à l'aide de vapeur qui est fournie par un générateur de vapeur. La chaleur est le principal facteur déterminant l'efficacité avec laquelle les structures de la matière végétale se décomposent et éclatent et libèrent les composants aromatiques ou les HEs (Babu & Kaul, 2005). Cette méthode est simple et utilise un équipement peu coûteux, sans produits chimiques dangereux à manipuler (Alitonou *et al.*, 2004).

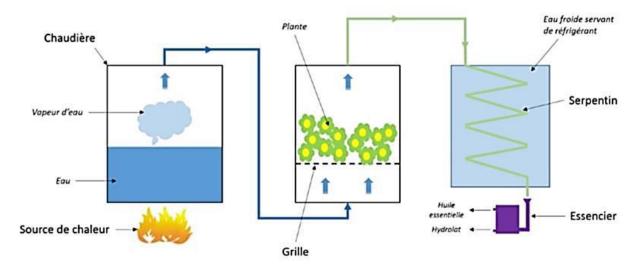


Figure I.8. Montage de la distillation par entrainement à la vapeur d'eau (Lucchesi, 2005)

I.3.10.2. Extraction par le CO₂ supercritique

Cette technique met à profit une propriété originale du CO₂ qui, au-delà du point critique (pression de 73,8 bars et température de 31,1°C), se trouve dans un état intermédiaire entre le liquide et le gaz lui conférant un important pouvoir d'extraction des molécules aromatiques. Le principe général de la méthode est le suivant : Le CO₂, porté aux conditions de température et de pression souhaitées, chemine au travers de la matière première végétale dont elle tire et volatilise les molécules aromatiques. Le mélange passe ensuite dans un séparateur, ou le CO₂ est détendu et se vaporise. Il est soit éliminé, soit recyclé. L'extrait se condense et est récupéré (Fernandez & Chemat, 2012). Actuellement, cette méthode est considérée comme la plus prometteuse, car elle fournit des extraits volatils de très haute qualité et qui respecterait intégralement l'essence originale de la plante.

I.3.10.3. Extraction par ultrasons

Les micro-cavitations, générées par ultrasons, désorganisent la structure des parois végétales, notamment les zones cristallines cellulosiques. Les ultrasons favorisent la diffusion et peuvent modifier l'ordre de distillation, des constituants des HEs. L'extraction par les ultrasons est une technique de choix, pour les solvants de faible point d'ébullition, à des températures d'extraction inférieures au point d'ébullition. L'avantage essentiel de ce procédé est de réduire considérablement la durée d'extraction, d'augmenter le rendement en extrait et de faciliter l'extraction de molécules thermosensibles (Lagunez Rivera, 2006).

I.3.10.4. Extraction par Micro-ondes

Le processus utilise des micro-ondes pour exciter les molécules d'eau dans les tissus végétaux, provoquant la rupture des cellules et la libération des HEs emprisonnées dans le tissu extracellulaire des plantes. Le matériel végétal est immergé dans un solvant transparent aux micro-ondes de manière à ce que seul le végétal soit chauffé. Les micro-ondes vont chauffer l'eau présente dans le système glandulaire et vasculaire de la plante, libérant ainsi les produits volatils qui passent dans le solvant (non chauffé). On filtre et on récupère ensuite l'extrait. L'extraction par micro-ondes à le grand avantage de réduire le temps d'extraction à quelques secondes (France-Ida, 1996). Cette technique (Fig. I.9) ne nécessite pas l'utilisation de solvants chimiques. Elle est économe en énergie, en temps et en investissement. La qualité de l'huile essentielle étant préservée, cela en fait une bonne alternative aux méthodes classiques (Bruneton, 1999; Lucchesi, 2005).

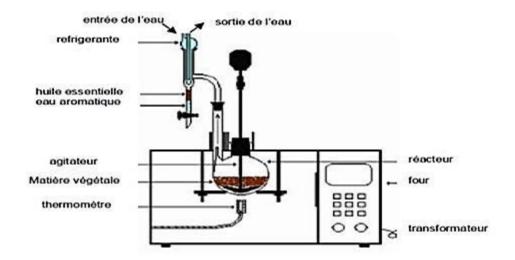


Figure I.9. Principe schématisé de l'extraction des HEs par micro-ondes (Lagunez Rivera, 2006)

I.3.10.5. Expression à froid

Cette technique (Fig. I.10) est utilisée industriellement pour extraire les HEs des agrumes de la famille des Rutacées (citron, orange, mandarine, etc.). C'est une méthode assez simple qui consiste à briser mécaniquement (abrasion, compression, incision, perforation, ...) les poches à essence (souvent au niveau de l'écorce ou péricarpe du fruit) pour recueillir un mélange d'essences odorantes et d'eau. L'huile essentielle est séparée par décantation ou centrifugation (Richard, 1992).





Figure I.10. Presse hydraulique pour la méthode d'expression à froid TPE sur les différents procédés d'extraction d'une huile essentielle (http://tpe-huile-essentielle.e-monsite.com/)

I.3.11. Analyse des huiles

I.3.11.1. Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

La chromatographie en phase gazeuse (CPG) est une technique très répandue. Elle possède plusieurs avantages : sensibilité, polyvalence, rapidité de mise au point des analyses, ce qui augmentent plus son intérêt. La technique a été perfectionnée et permet maintenant de séparer les constituants des mélanges très complexes contenant jusqu'à 200 composés (Reid *et al.*, 2005).

L'instrument de chromatographie en phase gazeuse vaporise l'échantillon puis sépare et analyse les divers composants. Chaque composant produit idéalement un pic spécifique. Le temps écoulé entre l'injection et l'évaluation est appelé temps de rétention selon lequel l'identification de la molécule est réalisée (Hamid *et al.*, 2011).

I.3.11.2. Chromatographie en phase gazeuse couplée avec la spectrométrie de masse (GC/MS)

La chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse est une méthode d'analyse qui combine les performances de la chromatographie en phase gazeuse et de la spectrométrie de masse afin d'identifier et/ou de quantifier précisément de nombreuses substances. La méthode est basée sur la séparation des constituants à l'aide de la CPG et leur identification par le biais de la SM. Ce couplage permet d'obtenir un spectre de masse interprétable pour des quantités de substance qui vont du microgramme au milligramme (Richard & Multon, 1992).

Le mode d'ionisation par impact électronique IE, permet le bombardement de substances par un faisceau d'électrons d'énergie de l'ordre de 70eV, provoquant leur

ionisation et leur fragmentation. Les fragments ioniques positifs forment alors le spectre de masse caractéristique du composé. Les spectres de masse ainsi obtenus sont comparés avec ceux des produits de référence obtenus dans des bibliothèques informatisées commerciales telles que : Nist Mass Spectral Library (National Institute of Standards and Technology) et Wiley Registry of Mass Spectral Data (Lafferty & Stauffer, 1994).

I.3.12. Activités biologiques des huiles essentielles

I.3.12.1. Activité antimicrobienne

Les HEs sont parmi les métabolites secondaires les plus actifs vis—à—vis des microorganismes. Ces substances volatiles possèdent un large spectre d'activité antimicrobienne contre non seulement les bactéries, y compris les espèces multi résistantes, mais aussi vis—à—vis des champignons et les virus (Burt, 2004; Edris, 2007).

> Activité antibactérienne

Les HEs sont connues pour avoir un effet antibactérien (Carson et al., 1995; Deans & Ritchie, 1987), et ceci sur les deux groupes de bactéries gram-positif et gram-négatif, qui ont démontrées une importante sensibilité in vitro (Christine & Kate, 2011; Inouye et al., 2001). Une activité antibactérienne a été démontrée contre un large spectre de souches bactériennes telles que Listeria monocytogenes, Listeria innocua, Salmonella typhimurium, Echerichia coli, Shigella dysenteria, Bacillus cereus et Staphylococcus aureus (Hulin et al., 1998).

Une étude expérimentale menée par Kelly (1998) a prouvé que treize HEs parmi seize testées ont inhibé la croissance d'*Helicobator pylori* qui est associé aux gastrites. Bharti *et al.* (2012) ont montré que plusieurs HEs se sont avérées actives sur un ensemble de bactéries et principalement l'HE de *Thymus vulgaris* et *Melaleuca alternifoli* qui ont inhibé la croissance de plusieurs souches principalement de *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus epidermidis*, *Staphylococcus hoinis*, *Pseudomonas aeruginosa* et *Klebsiella pneumoniae*.

Rahman *et al.* (2016) ont montré que l'HE de *Premna integrifolia* possède une activité antibactérienne contre un ensemble de souches patogènes et cela peut être dû à la présence de mono et sesquiterpènes.

Plusieurs travaux ont étudié l'effet antibactérien des composants des HEs. Parmi les composants des HES qui présentent un effet contre *Helicobactor pylori* sont représentés par le carvacrol, l'isoeuginol, le nérol, le citral et le sabinène (Ogata *et al.*, 2000). Les composés majeurs

de l'HE de thym et d'origan, qui sont le thymol et le carvacrol ont montré un effet inhibiteur sur les bactéries pathogènes telles que *Escherichia coli*, *Salmonella enteritidis*, *Salmonella typhimurium* (Burt, 2004). L'eugenol, le terpenen-4-ol et le carvacrol ont inhibé la croissance de quatre souches d'*Escherichia coli* O157 : H7 et de *Listeria monocytogenes* (Santoyo *et al.*, 2006).

> Activité antifongique

Les huiles essentielles agissent négativement contre le développement des champignons, en diminuant leur croissance. L'activité antifongique des HEs a fait l'objet de plusieurs études scientifiques in vitro, depuis plusieurs années. La croissance d'Aspergillus parasiticus et la production d'aflatoxines ont été inhibées par les HEs de Thymus vulgaris et Citrus aurantifolia. De même, les huiles essentielles de Mentha spicata, Foeniculum miller, et Artemisia dracunculus inhibent la croissance fongique (Davidson & Naidu, 2000).

Le carvacrol et le thymol se sont révélés efficaces contre les champignons d'origine alimentaire, notamment l'*Aspergillus niger*, *Aspergillus flavus* et *Aspergillus parasiticus* (Razzaghi-Abyaneh *et al.*, 2009). Le thymol, l'aldéhyde cinnamique et l'eugénol extraits des huiles de clou de girofle et de cannelle ont également montré des propriétés antifongiques (Davidson & Naidu, 2000).

> Activité antivirale

Outre leurs activités antibactérienne et antifongique, les huiles essentielles possèdent également des activités antivirales intéressantes, alternatives aux médicaments antiviraux de synthèse. Elles ont démontré des propriétés virucides avec les avantages d'une faible toxicité (Baqui *et al.*, 2001).

Le virus de l'herpès simplex (type III) est à l'origine de certaines des infections virales les plus courantes chez l'homme et peut être mortel. Des médicaments antiviraux synthétiques ont été utilisés pour traiter l'infection à l'herpès (Wagstaff *et al.*, 1994), mais ils ne sont pas tous efficaces dans le traitement des infections génitales à l'herpès. Il a été démontré que l'incorporation d'huiles essentielles d'*Artemisia arboreseens* dans des liposomes multi lamellaires a considérablement amélioré son activité contre le virus herpès simplex de type 1 (HSV-1) intracellulaire (Sinico *et al.*, 2005). En raison de la présence de citral et de citronellal dans l'huile essentielle de *Melissa officinalis*, cette dernière inhibe également la réplication du HSV-2 (Allahverdiyev *et al.*, 2004).

I.3.12.2. Activité antioxydante

Diverses études ont montré que les huiles essentielles sont des sources naturelles idéales d'antioxydants (Dib *et al.*, 2017; Karioti *et al.*, 2006; Mantle *et al.*, 1998; Sudipta *et al.*, 2017). Certains constituants des huiles essentielles présentent un pouvoir antioxydant très marqué et sont aujourd'hui commercialisés, c'est le cas de l'eugénol (Barclay *et al.*, 2006; Ogata *et al.*, 2000), le thymol (Luna *et al.*, 2017; Razavi *et al.*, 2017) et le carvacrol (Baranauskaite *et al.*, 2017; Zareiyan *et al.*, 2018).

Ruberto et Baratta (2000), qui ont étudié l'activité antioxydante de 98 composants purs de l'huile essentielle de *Teucrium marum* (nom commun de la plante), représentant les principales classes des composés typiques des huiles essentielles, ont montré que les hydrocarbures sesquiterpèniques exercaient un effet antioxydant faible, alors que les hydrocarbures monoterpéniques ont montré un effet antioxydant significatif, avec plusieurs variantes en raison des différents groupes fonctionnels. Teixeira *et al.* (2013) ont décrit l'activité antioxydante élevée de l'huile essentielle du clou de girofle indienne et ont rapporté que cette activité est due à son composé majoritaire l'eugénol qui est un phénylpropanoïde, connu comme un puissant antioxydant.

I.3.12.3. Activité anti-inflammatoire

Les HEs ont une place particulièrement intéressante dans le traitement des maladies inflammatoires telles que les rhumatismes, les allergies ou l'arthrite (Maruyama *et al.*, 2005). Elles constituent une alternative aux traitements allopathique classiques de type AINS (Anti-inflammatoire non stéroïdiens); connus pour leurs effets secondaires digestifs. L'huile essentielle de Gaulthérie odorante est très utilisée dans les douleurs musculaires, les tendinites, etc. (Millet, 2015). Il a été prouvé que l'inhalation des vapeurs des huiles a un effet anti-inflamatoire et réduit l'asthme (Inouye *et al.*, 2001).

Plusieurs études ont, par exemple, mis en évidence l'activité anti-inflammatoire de l'huile essentielle de Melaleuca alternifolia (Caldefie-Chezet *et al.*, 2004; Caldefie-Chézet *et al.*, 2006; Koh *et al.*, 2002) et de son composé principal, l'α-terpinéol (Hart *et al.*, 2000). Un autre exemple, l'huile essentielle de géranium (Maruyama *et al.*, 2005) ainsi que le linalol et son acétate (Peana *et al.*, 2002) ont montré une activité anti-inflammatoire sur des oedèmes de pattes de souris induits par le carraghénane. L'Aloe vera et l'un des meilleures plantes

connues par leur activité anti-inflammatoire (Vogler & Ernst, 1999). L'HE d'Aloe vera présentait la plus grande activité inhibitrice de la lipoxygénase (96%), suivie de l'HE de thym (86%) et l'HE de bergamote (85%) à une concentration de 0,5 μ g/mL. L'HE de camomille a montré une forte activité induisant la lipoxygénase à 5 μ g/mL (Wei & Shibamoto, 2010).

I.3.12.4. Activité anti-cancéreuse

Certaines huiles essentielles présentent des activités anti-tumorales et sont utilisées dans le traitement préventif de certains types de cancers (Edris, 2007) comme l'huile essentielle des graines de *Nigella sativa* (Ait Mbarek *et al.*, 2007; Periasamy *et al.*, 2016), l'huile essentielle des rhizomes de curcuma (Xiang *et al.*, 2017), et celle d'*Allium sativum* (Singh & Singh, 2008; K. C. Srivastava *et al.*, 1995). L'HE d'*Elsholtzia cilita (nom commun de la plante)* a montré une activité antiproliférative in vitro contre les cellules du cancer de pancréas et de sein (Pudziuvelyte *et al.*, 2017).

De nombreux isoprénoïdes présents dans les HEs inhibent la prolifération des lignées cellulaires cancéreuses in vitro, notamment le carvacrol, le citral, le p-cymène, le farnésol, le géraniol, limonène, le nérolidol, l'alcool périllylique, le pinène, le terpinéol, le thymol, le verbénone et l'α-ionone (Elson *et al.*, 1999; Joo & Jetten, 2010; Tatman & Mo, 2002).

I.3.12.5. Activité insecticide

Une dizaine d'huiles essentielles ont été rapportés comme ayant des activités insecticide ou insectifuge sur les moustiques et autres insectes (Ayvaz *et al.*, 2010; Castillo *et al.*, 2017; Vera *et al.*, 2014).

Les principaux constituants des HEs comme les monoterpènes, sont intéressants pour les marchés industriels en raison de leurs activités biologiques puissantes en plus de leur toxicité pour les insectes (Lee *et al.*, 2001). Un exemple et celui de l'HE de romarin et de Zanthoxylum monophyllum qui ont montré une importante activité insecticide contre le Charonçon du riz (Lee *et al.*, 2001; Prieto *et al.*, 2011).

I.3.13. Toxicité des huiles essentielles

Bien que les huiles essentielles soient des substances naturelles, cela ne signifie pas qu'elles sont sans danger pour la santé humaine. Vu leur composition chimique complexe, les HEs sont à utiliser avec précaution et prudence, car l'utilisation aléatoire et inappropriée

peut engendrer des effets secondaires plus ou moins néfastes dans l'organisme (allergies, coma, épilepsie, etc.) principalement chez les populations sensibles (enfants, femmes enceintes et allaitantes, personnes âgées ou allergiques) (Degryse *et al.*, 2008). Les effets secondaires des HEs varient en fonction de leur nature chimique (Traoré, 2006), certaines sont toxiques par voie cutanée en raison de leur pouvoir irritant (huiles riches en thymol ou en carvacrol), allergène (huiles riches en cinnamaldéhyde) (Smith *et al.*, 2000) ou phototoxique (huile de citrus contenant des furocoumarines (Naganuma *et al.*, 1985). D'autres HEs ont un effet neurotoxique, notamment celles qui sont riches en cétones comme α-thujone (Franchomme & Penoel, 1990).

I.4. Aperçu sur la famille Myrtaceae

La Famille des myrtacées est une famille de plantes dicotylédones qui comprend environ 3000 espèces réparties en plus de 100 genres (Heywood *et al.*, 1993; Paiva, 1997). Les principaux genres sont :

```
- Eucalyptus (près de 600 espèces);

- Eugenia (400 espèces);

- Syzygium (300 espèces d'Australie et d'Asie);

- Myrcia (près de 300 espèces surtout d'Amérique tropicale);

- Melaleuca (environ 200 espèces d'Australie et d'Indo-Malaisie);

- Psidium (une centaine d'espèces d'Amérique tropicale);

- Calyptranthes (100 espèces).
```

Ce sont des arbustes à feuilles entières et opposées ; fleurs axillaires hermaphrodites ; 5-mère. Calice cupuliforme. Etamines très nombreuses, insérées avec les pétales au sommet du tube calycinal. Gynécée infère ou semi-infère à 5 carpelles uniloculaires, à ovules nombreux, à placentation axile. Fruit bacciforme bleuâtre, globuleux, de 5-8mm de diamètre (Quezel & Santa, 1963).

Beaucoup de plantes de cette famille sont utiles dans divers domaines : Comme bois d'oeuvre, certains fruits sont comestibles, certaines plantes sont aromatiques, avec une abondance en huile essentielle d'où l'usage condimentaire ou médicinal. Certaines plantes de cette famille sont traditionnellement utilisées pour la conservation des denrées post-récolte dans les pays en voie de développement (Ho *et al.*, 1994; Tapondjou *et al.*, 2000).

La majorité des études phytochimiques effectuées sur un nombre important d'espèces de la famille des myrtacées a montré leur richesse en métabolites secondaires tels que : les flavonoïdes (Souza-Moreira et al., 2018), les huiles essentielles (Henriques et al., 1993; Medeiros et al., 2018; Ogunwande et al., 2005; Stefanello et al., 2011), et les terpénoïdes (Bustos-Segura et al., 2017; Hasegawa et al., 2008; Padovan et al., 2014; Russell & Southwell, 2003).

I.5. Le genre Sygygium Gaertn.

Syzygium est le plus grand genre de la famille des myrtacées, avec environ 1200 espèces (Govaerts et al., 2008; Parnell et al., 2007). Il est classé le 16ème parmi les 57 plus grands genres de plantes à fleurs dans le monde (Frodin, 2004). Syzygium se trouve principalement dans les régions tropicales ou subtropicales, y compris les forêts pluviales de plaine à montagneuse, les marécages, les forêts ultramafiques, les savanes et les forêts calcaires, et c'est l'un des genres d'arbres les plus communs dans l'écosystème forestier de ses pays d'origine.

Syzygium est important en tant que ressource alimentaire pour les oiseaux, les insectes, les petits et grands mammifères (Parnell et al., 2007). Cependant, malgré sa grande diversité seulement certaines espèces sont cultivées commercialement ou utilisées pour leurs fruits, bois, propriétés médicinales ou comme épices. L'espèce S. aromaticum L., est largement cultivée sous les tropiques pour ses huiles essentielles (De Guzman & Siemonsma, 1999).

I.6. Syzyguim cumuni (L.) Skeels

Syzygium cumini (L.) Skeels est une espèce tropicale appartenant à la famille des Myrtacées. Elle est connue populairement sous plusieurs noms comme : jamun en Inde, prune noire, jamblon ou jambolan en Europe et jambolão au Brésil (Corrêa, 1984).

I.6.1. Classification Botanique

Selon Morton (1987) la classification botanique de Syzygium cumini est la suivante :

Règne: Plantae

Sous Règne : *Tracheobionta* (Plantes vasculaires)

Embranchement : *Magnoliophyta* (Angiospermes)

Classe: Magnoliopsida (Dicotylédones)

Famille : Myrtaceae

Genre: Syzygium Gaertn.

Espèce: Syzygium cumini (L.) Skeels

En botanique, Syzygium cumini à plusieurs synonymes :

- Syzygium jambolanum DC.
 - Eugenia cumini Druce
- Eugenia. Jambolana Lam.
 - Eugenia. djouat Perr.
 - Myrtus cumini L.
- Calyptranthes jambolana Willd.

I.6.2. Description botanique (Morton, 1987; Orwa, 2009)

Syzygium cumini (Fig. I.11) est un arbre de taille moyenne de 10 à 30 m de haut. Il atteint sa hauteur maximale en 40 ans. Le diamètre de son tronc est compris entre 0,6 m à 0,9 m. L'écorce de la partie basse du tronc s'écaille, est décolorée et rugueuse tandis que la partie haute est lisse et gris clair.

Les feuilles (Fig. I.11.A) sont coriaces, rosées lorsqu'elles sont jeunes puis deviennent vert olive à maturité. Elles possèdent l'odeur caractéristique de la térébenthine. Elles sont opposées, pétiolées, oblongues mesurant de 5 à 20 cm de long pour 2,5 cm de large. La partie inférieure de la feuille est d'un vert plus clair. Il y a de nombreuses nervures.

Les fleurs (Fig. I.11.B) petites, blanches et odorantes, apparaissent sur des branches dépourvues de feuilles et sont regroupées en cymes. Elles possèdent une centaine d'étamines blanchâtres, les anthères sont de couleur jaune pâle. Les pétales sont soudés et tombent rapidement lors de l'épanouissement des fleurs, de sorte que celles-ci ne sont alors plus composées que d'un calice en forme d'entonnoir et de nombreuses étamines.

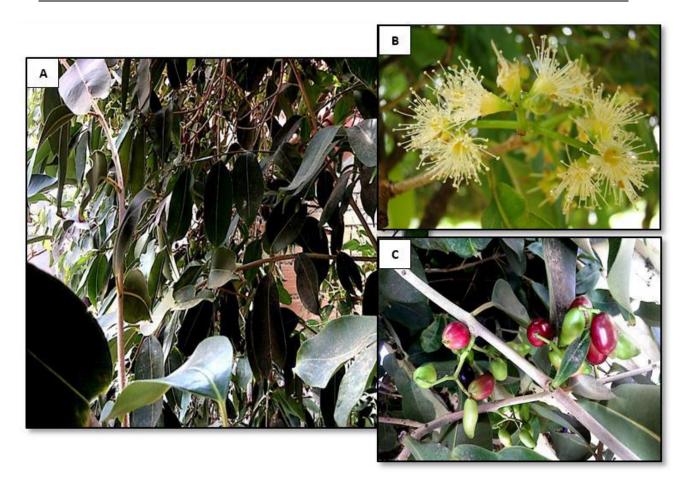


Figure I.11. Syzygium cumuni (L.) Skeels A : Feuilles (photo originale), B : fleurs (https://fr.wikipedia.org), C : fruits (photo originale).

Les fruits (Fig. I.11.C) sont des baies oblongues, noires violacées à maturité avec une peau fine et luisante. Ils sont comestibles lorsqu'ils se détachent de leurs pédoncules. La pulpe pourpre est molle, astringente, lorsque le fruit n'est pas mûr. Elle renferme de l'anthocyanine qui bleuit la bouche. Elle contient une graine unique qui est allongée et arrondie ou deux à cinq graines qui sont comprimées et qui donnent ainsi l'aspect d'une seule graine. Cette fructification est importante de mars à mai.

I.6.3. Répartition géographique

S. cumini est un grand arbre originaire du sous-continent indien, mais largement cultivée dans de nombreux pays d'Asie, d'Afrique et d'Amérique du Sud (S. Srivastava & Chandra, 2013) (Fig.I.12).



Figure I.12. Carte géographique de la répartition de S. cumini (Orwa, 2009)

➤ D'origine de (native)

Inde, Malaisie, Myanmar, Philippines, Thaïlande et Sri Lanka.

Les régions exotiques

Algérie, Antigua-et-Barbuda, Australie, Bahamas, Barbade, Colombie, Cuba, Dominique, République Dominicaine, Ghana, Grenade, Guadeloupe, Guatemala, Guyana, Haïti, Honduras, Indonésie, Jamaïque, Kenya, Martinique, Mexique, Montserrat, Népal, Antilles néerlandaise, Nicaragua, Panama, Afrique du Sud, Sainte-Lucie, Saint -kittes et -Nevis, Soudan, Tanzanie, Ouganda, États Unis, iles vierges américaines, Zambie, Zimbabwe (Orwa, 2009).

I.6.4. Utilisation thérapeutique de S. cumini

En médecine traditionnelle, *S. cumini* est connue pour posséder une large gamme de propriétés médicinales, qui ont été attribuées à la présence de composés bioactifs dans différentes parties de la plante. Les feuilles sont utilisées dans les dermopathies, les gastroraphies, la constipation, la leucorrhée et le diabète. Les fruits sont utilisées dans le traitement de la pharyngite et des maladies spléniques ; tandis que les écorces sont utilisées comme astringentes, anthelminthiques et carminatives. De plus, les graines sont utilisées comme astringentes, diurétiques et surtout dans le traitement du diabète (Baliga *et al.*, 2011; Helmstädter, 2008; Warrier, 1993).

Des études pharmacologiques ont élargi les activités biologiques de *S. cumini*, qui comprennent antihyperglycémiant, anti-inflammatoire, antibactérien, cardioprotecteur et antioxydant (Arun *et al.*, 2011; Kumar *et al.*, 2008; Mastan *et al.*, 2009; Rekha *et al.*, 2008; Sharma *et al.*, 2008; Tanwar *et al.*, 2011).

I.6.5. Travaux antérieurs sur S. cumini

Le genre *Syzygium* et en particulier *Syzygium cumini* a fait l'objet de plusieurs études phytochimiques, Des études remarquables menées sur les propriétés pharmacologiques, les constituants phytochimiques et la valeur nutritive de *S. cumini* ont été publiées au cours de la dernière décennie (Ayyanar & Subash-Babu, 2012; Baliga *et al.*, 2013; Helmstädter, 2008; S. Srivastava & Chandra, 2013).

Divers métabolites secondaires ont été signalés dans différentes parties de *S. cumini*. Les feuilles de cette espèce contiennent des niveaux élevés de flavonoïdes, en particulier la quercétine, la myricétine, myricitrine, le kaempférol et leurs dérivés glucosidiques, en plus des acides phénoliques comme l'acide férulique, l'acide chlorogénique et l'acide gallique (Mahmoud *et al.*, 2001; Ruan *et al.*, 2008; Timbola *et al.*, 2002). L'huile essentiel des feuilles est dominé par les terpènes tels que l'α-pinène, le β-pinène, l'α-limonène, l'α-cadinol, le pinocarvone, le pinocarveol (Mohamed *et al.*, 2013; Shafi *et al.*, 2002). Les graines sont la partie la plus étudiée de la plante, Les études de Modi *et al.* (2010) et Kumar *et al.* (2009) ont montré la présence d'alcaloïdes, de composés phénoliques, de flavonoïdes, de glycosides, de phytostérols, et de tanins.

Dans les fleurs sont présents des flavonoides (quercétine, kampferol et myricétine) ainsi que les acides ellagique et oléanolique (Baliga *et al.*, 2011).

Les travaux d'expérimentation de ce mémoire ont été réalisés dans le laboratoire pédagogique d'immunologie du département de Biologie, Faculté des Sciences, Université M'Hamed Bougara de Boumerdes. Les injections pour les analyses des HEs par chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse ont été réalisées au laboratoire Biotechnologies Végétales appliquées aux plantes Aromatiques et Médicinales (BVpam), Faculté des Sciences et Techniques, Université Jean Monnet de Saint Etienne, France.

II.1. Matériel végétal

Les feuilles de *S. cumini* cultivée dans un jardin particulier au centre de Boumerdes, (36° 46′ 00″ N, 3° 28′ 00″ E, 10 m d'altitude, 45 km d'Alger) (Fig. II.1)

L'authentification botanique de l'espèce a été réalisée à l'herbier national du Département de botanique, à l'Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie (ENSA), d'Alger, où des spécimens ont été déposés.

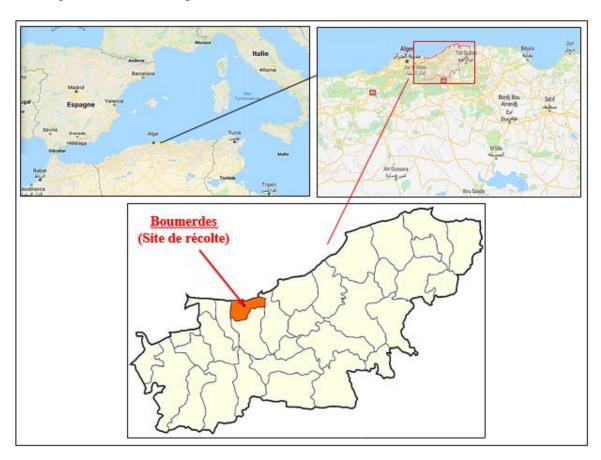


Figure II.1. Site géographique de la récolte de *S. cumini* utilisée dans cette étude (https://www.google.com/intl/fr/earth/)

II.2. Extraction des huiles essentielles

Les feuilles de *S. cumini* utilisées pour l'extraction des huiles essentielles ont été séchées à l'ombre à température ambiante dans un endroit aéré, puis broyées en poudre avec un mixeur – broyeur de cuisine.

II.2.1. Hydrodistillation

Dans le montage à hydrodistillation (type Clevenger, (Fig. II.2), utilisé à l'échelle du laboratoire sous pression atmosphérique, une quantité de 25 g du matériel végétal est déposée dans un ballon à demi rempli d'eau distillée (400 ml), relié à un système de réfrigération et récupération Clevenger. Le mélange eau distillée/plante est porté à ébullition par un chauffe-ballon pour générer une vapeur d'eau saturée en huile volatile. Le réfrigérant sert à condenser la vapeur en hydrolat et l'extraction débute lorsque les premières gouttes tombent dans le collecteur et se poursuit pendant 3 heures. L'HE se concentre en formant une phase superficielle qui est ensuite récupérée directement par le robinet situé à la base du Clevenger dans des piluliers. L'HE obtenue est pesée et conservée à 4°C avant d'être analysée.

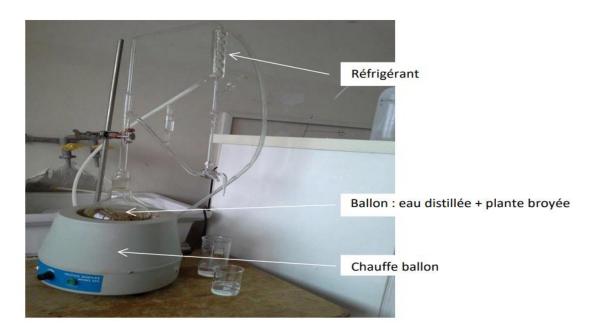


Figure II.2. Montage Clevenger d'hydrodistillation (photo originale)

II.3. Analyse des huiles essentielles de *S. cumini* par chromatographie gazeuse II.3.1. Analyse des huiles essentielles par couplage chromatographie gazeuse-spectrophotométrie de masse (GC-MS)

Les spectres de masses des composés volatils des HEs ont été obtenus sur un spectromètre de masse à quadripôle et ionisation par bombardement électronique Agilent couplé à un chromatographe Agilent doté d'un injecteur automatique. Les informations concernant le type de colonne, le détecteur et les réglages du GC/MS sont résumées dans le Tableau II.1.

Tableau II.1. Conditions opératoires GC-MS utilisées pour l'analyse des HEs de S. cumini

| Composant | Particularité et température |
|-------------------------|------------------------------|
| GC | |
| Agilent HP | 6850 |
| Injecteur | 250 °C |
| Volume injecté | 2 μl dans l'hexane |
| Mode | Splitless |
| Gaz vecteur | Hélium, 1 ml/min. |
| Colonne | Capillaire, DB-5 |
| Dimension de la colonne | 30 m, 0,25 mm, 0,25 μm |
| Gradient | 60 →3 °C/min →245 °C (4 min) |
| MS | |
| Agilent HP | 5973 |
| Ionisation | Impact électronique à 70 eV |
| Balayage automatique | 25-350 amu à 2.4 scan/s |
| Source d'ion | 230 °C |
| MS, quadrupole | 150 °C |

II.3.2. Identification des composés volatils

L'identification des composés volatils a été faite par GC/MS. Le nom d'une molécule a été trouvé en comparant les spectres de masse obtenus à la base de données électronique WILEY275, ainsi qu'avec la base de données papier Adams (2007) en parallèle avec l'utilisation des indices de rétention (IR). Ces IRs sont calculés en utilisant les temps de rétention (TR) des alcanes d'un mélange de n-alcanes (C8 - C40, Fluka) analysé dans les mêmes conditions chromatographiques (Van Den Dool & Kratz, 1963) selon l'équation suivante :

$$IR = 100 \times Z + 100 \times n \left[(tRS - tRZ)/(tR(Z+n) - tRZ) \right]$$

Où:

tRS: temps de rétention absolu du soluté étudié;

tRZ: temps de rétention absolu de l'alcane à Z atomes de carbone qui précède le soluté;

tR(Z+n): temps de rétention absolu de l'alcane à (Z+n) atomes de carbone qui suit le soluté;

n: différence dunombre d'atome de carbone entre les deux alcanes (généralement n = 1)

II.3.3. Quantification des composés volatils

Les pourcentages relatifs des composés volatils séparés ont été calculés à partir de données des aires des pics en GC/MS générées par une intégration électronique.

II.4. Analyse statistique cluster hiérarchique

L'analyse typologique (distance euclidienne de Pearson) pour mettre en évidence l'existence d'une éventuelle variabilité compositionnelle ou chémotypique, a été réalisée avec le logiciel **LSTAT* version 2021.3.1 (Addinsoft, Paris, France) sur les données quantitatives (composition en pourcentage déterminé par GC/MS) de 36 constituants majoritaires (>5%) des HEs de 16 échantillons issus de feuilles de 14 populations, algérienne, égyptienne, brésilienne et indienne, de *S. cumini*.

Chapitre III Résultats et Discussions

III.1. Caractérisation phytochimique des huiles essentielles de S. cumini III.1.1. Résultats

Les analyses par GC/MS entreprises ici ont eu pour but d'identifier et connaître la composition phytochimique et surtout la classe chémotypique de l'HE des feuilles de *S. cumini* cultivée en Algérie ainsi que la détection d'éventuelle variabilité saisonnière. Il est à noter que, selon notre recherche bibliographique minutieuse, l'HE de cette espèce d'origine algérienne n'a fait l'objet d'aucune publication scientifique.

L'HE des feuilles de *S. cumini* récoltées à trois périodes différentes (aux mois de Janvier, Mars et Mai) ont été extraites, puis soumises à des analyses chromatographiques/spectrales détaillées par couplage GC/MS.

La figure III.1 représente les chromatogrammes ioniques totaux des HEs étudiées. L'identification des constituants a été réalisée par l'utilisation des indices de rétention (IR) sur la colonne apolaire DB-5, par l'analyse des spectres de masse des composés constitutifs et par la comparaison de ces données à celles de la base de données électroniques, WILEY275, et les bases papiers Adams (2007) et autres. Les constituants identifiés sont illustrés dans le tableau III.1 selon leur ordre d'élution sur la colonne apolaire DB-5. Leurs indices de rétention et leurs pourcentages relatifs sont également répertoriés dans ce tableau (Tab. III.1).

Ces analyses phytochimiques par GC/MS ont conduit à l'identification globale de 31 constituants : 23 constituants dans l'HE des feuilles récoltées au mois de Janvier, 22 constituants dans les feuilles récoltées au mois de Mars, et 27 constituants pour celles récoltées au mois de Mai. Ces composés détectés et identifiés ont des aires cumulées qui correspondent à un total d'identification de 85,35%, 88,80% et 89%, respectivement (Tab. III.1). Parmi les 31 composés identifiés dans l'HE des trois récoltes, 17 composés sont détectés simultanément dans les trois HEs étudiées (Tab. III.1). Trois (03) composés (Bornyl acétate, α -(E) -Ionone, γ -Muurolene) sont présents uniquement dans l'HE des feuilles récoltées en Janvier, un seul composé (δ -Cadinene) est présent uniquement dans l'HE des feuilles récoltées en Mars, et trois composés (Camphene, Myrcene, Tetradecanoic Acid) sont présents uniquement dans l'HE des feuilles récoltées en Mais l'HE des feuil

A notre connaissance, 8 parmi les composés identifiés sont détectés pour la première fois dans une HE de *S. cumini* d'origine algérienne (composés avec la lettre d en exposant dans le tableau III.2).

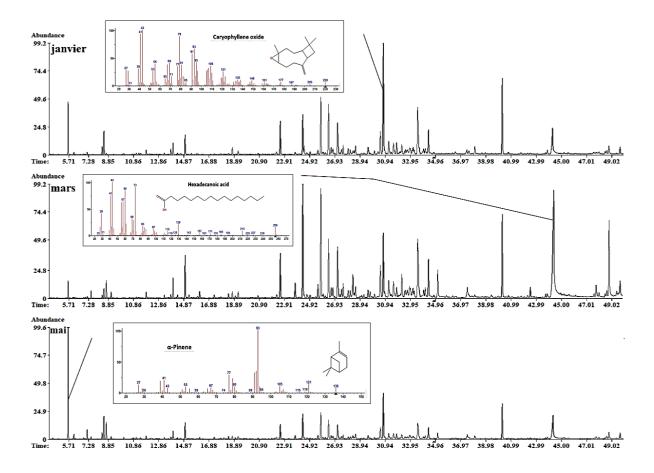


Figure III.1. Chromatogrammes ioniques totaux (GC/MS) de l'huile essentielle des feuilles de différentes récoltes (janvier, mars et mai) de *Syzygium cumini* algérienne.

Les encadrés représentent le spectre de masse du constituant majoritaire de chaque huile.

Tableau III.1. Compositions phytochimiques (variabilité) de l'huile essentielle des feuilles de *Syzygium cumini* algérienne

| Constituant ^a | IRCb | IRAc | Composition (%) | | | Méthode | |
|--------------------------|------|------|-----------------|------|-------|------------------|--|
| Constituant | IKC | | janvier | Mars | mai | d'identification | |
| α-Pinène | 927 | 932 | 3,78 | 0,76 | 13,48 | IR, SM | |
| Camphène | 943 | 946 | - | - | 0,78 | IR, SM | |
| Myrcène | 980 | 988 | - | - | 1,39 | IR, SM | |
| p-Cymène | 1018 | 1020 | 0,77 | - | 1,01 | IR, SM | |

| Limonène | 1022 | 1024 | 2,13 | - | 3,43 | IR, SM |
|---------------------------------------|------|-------------------|-------|------|-------|--------|
| (Z)-β-Ocimène | 1028 | 1032 | - | 0,99 | 2,48 | IR, SM |
| endo-Borneol | 1163 | 1165 | 1,32 | 1,41 | 1,51 | IR, SM |
| α-terpinéol | 1187 | 1186 | 2,22 | 2,97 | 3,02 | IR, SM |
| Acétate de bornyle | 1274 | 1287 | 0,89 | - | - | IR, SM |
| α-Copaène | 1364 | 1374 | 4,14 | 3,40 | 3,02 | IR, SM |
| Isocaryophyllène | 1392 | 1408 | - | 1,18 | 0,79 | IR, SM |
| β-caryophyllène | 1407 | 1417 | 5,17 | 9,10 | 4,66 | IR, SM |
| α -(E)-Ionone ^d | 1410 | 1428 | 1,05 | - | - | SM |
| Néryl acétoned | 1436 | 1434 | - | 1,12 | 0,98 | IR, SM |
| (Z)-β-farnésène ^d | 1442 | 1440 | 6,70 | 7,96 | 5,22 | IR, SM |
| 4.5-di-épi-Aristolochène | 1457 | 1471 | 6,37 | 4,42 | 3,98 | IR, SM |
| γ-Muurolene | 1462 | 1478 | 0,70 | - | - | IR, SM |
| Eremophilene | 1475 | 1486 ¹ | 5,22 | 4,61 | 3,76 | IR, SM |
| α-Muurolene | 1486 | 1500 | 1,14 | 1,06 | 0,88 | IR, SM |
| δ-cadinène | 1505 | 1513 | - | 1,67 | - | IR, SM |
| Alcool caryophyllényle | 1561 | 1570 | 2,92 | 2,60 | 2,82 | IR, SM |
| Oxyde de caryophyllène | 1568 | 1582 | 16,52 | 5,18 | 10.06 | IR, SM |
| Époxyde d'himachalène d | 1578 | 1578 | 2,04 | 1,72 | 1,41 | IR, SM |
| Viridiflorol | 1588 | 1592 | 1,85 | 1,62 | 1,53 | IR, SM |
| Humulène époxyde II | 1594 | 1608 | 1,71 | - | 1,10 | IR, SM |
| α-Eudesmol | 1639 | 1652 | 9,16 | 7,70 | 5,93 | IR, SM |
| $\delta\text{-dod\'ecalactone}^{d}$ | 1663 | 1676 | 3,04 | 3,06 | 2,42 | IR, SM |

Tableau III.1. (Suite)

| Constituant ^a | IRC ^b | IRAc | Composition (%) | | | Méthode | |
|------------------------------------|------------------|----------|-----------------|-------|-------|------------------|--|
| Constituent | IKC | | Janvier | Mars | Mai | d'identification | |
| (2Z.6Z)-Farnesal ^d | 1682 | 1684 | - | 2,11 | 1,18 | IR, SM | |
| Acide tétradécanoïque ^d | 1749 | 1756^2 | - | - | 1,67 | IR, SM | |
| Acide hexadécanoïque | 1952 | 1959 | 5,44 | 17,88 | 8,97 | IR, SM | |
| Phytol ^d | 2091 | 1942 | 1,08 | 6,27 | 1,56 | SM | |
| Monoterpènes hydrocarbons | | | 6,68 | 1,75 | 22,57 | - | |
| Monoterpènes oxygénés | | | 3,55 | 5,50 | 5,50 | | |
| Monoterpènes | | | 10,22 | 7,25 | 28,06 | | |
| Sesquiterpènes Hydrocarbonés | | | 29,43 | 33,41 | 22,30 | | |
| Sesquiterpènes oxygénés | | | 34,20 | 20,93 | 24,02 | | |
| Sesquiterpènes | | | 63,62 | 54,34 | 46,33 | | |
| Autres | | | 9,57 | 27,22 | 14,62 | | |
| Total identifié | | | 85,35 | 88,80 | 89,00 | | |
| Nombre de composés identifies | | | 23 | 22 | 27 | | |

a) L'ordre d'élution des constituants et leurs pourcentages sont donnés sur la colonne capillaire apolaire DB-5 b) IRC = Indices de rétention calculés sur la colonne apolaire DB-5. c) IRA = Indices de rétention reportés par Adams (2007) et l Pino *et al.* (2005). d) Composants identifiées pour la première fois dans les huiles de feuilles produites par *S. cumini*. IR = identification par comparaison avec l'indice de rétention. SM = identification par comparaison avec le spectre de masse. Les composés et classes majoritaires sont en gras.

Les figures III.2 et III.3 exposent des histogrammes représentant les pourcentages des classes phytochimiques et des constituants majoritaires des HEs des feuilles de trois récoltes de la plante *S. cumini* ainsi que leurs structures développées.

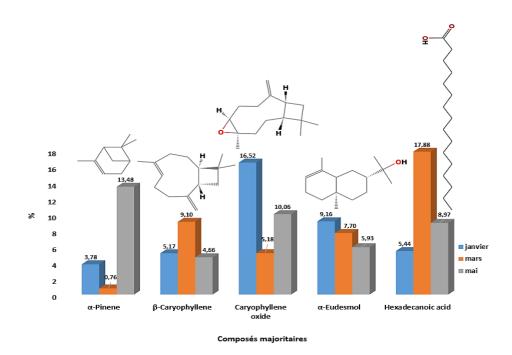


Figure III.2. Variabilité des teneurs des classes chimiques et le total identifié de l'HE des feuilles de *Syzygium cumini* à travers les trois récoltes.

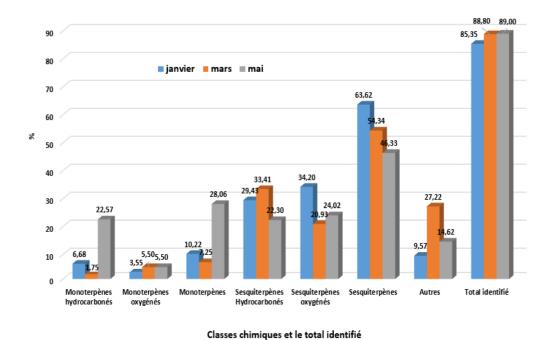


Figure III.3. Variabilité des teneurs des constituants majoritaires de l'HE des feuilles de *Syzygium cumini* à travers les trois récoltes.

D'après les résultats illustrés dans le tableau III.1 et la figure III.2, toutes les classes terpéniques habituelles des HEs sont représentées dans les HEs des feuilles de trois récoltes de notre espèce. Ainsi, ces analyses ont montré la prédominance des sesquiterpènes hydrocarbonés et oxygénés dans les HEs des trois récoltes. Les deux HEs des feuilles récoltées en Janvier et en Mars présentent un taux faible en monoterpènes (10,22 et 7,2%, respectivement). Par contre, l'He des feuilles récoltées en Mai est caractérisé par un taux plus élevé en monoterpènes (28,06%) qui sont principalement des monoterpènes hydrocarbonés (22,57%). Nos trois HEs étudiées contienent d'autres composés non terpéniques qui représentent 9,57%, 27,22%, 14,62% de l'HE des feuilles récoltées en Janvier, Mars et Mai respectivement. Globalement, les trois HEs étudiées sont caractérisées par une majorité de composés sesquiterpénique (63,62-54,34-46,33%, pour les récoltes en Janvier, Mars et Mai respectivement).

La figure III.3 illustre un histogramme représentant les constituants majoritaires des 3 HEs étudiées et leurs structures développées. Le caryophyllene oxide (16,52%) et l'α-Eudesmol (9,16%), sont les constituants majoritaires dans l'HE des feuilles récoltées en Janvier. L'HE des feuilles récoltées en mars et dominée par l'acide hexadécanoïque (17,88%) et β-Caryophyllène (9,10%). Par contre, α-pinène (13,48%), oxyde de caryophyllène (10,06%) et Acide hexadécanoïque (8,97%) sont les constituants majoritaires de l'HE des feuilles récoltées au mois de Mai. De ce fait, l'HE des feuilles de *S. cumini* algérienne présente une variabilité quantitative et qualitative et chemotypique liée à la période de récolte.

III.1.2. Discussion

L'analyse qualitative et quantitative de l'HE des feuilles de *S. cumini* extraite à différentes périodes (Janvier, Mars et Mai) dans ce travail met en évidence une différence de la composition chimique de l'HE entre les trois récoltes. D'abord, nos résultats montrent une diversité des constituants majoritaires entre les trois périodes de récoltes (Fig.III.4). De ce fait, le chémotype cayophyllen oxide (16,52%) a été détecté dans la récolte de Janvier, le chémotype Hexadecanoic acid (17,88%) dans la récolte de Mars et le chémotype α- pinene (13,48%) dans la troisième récolte du mois de Mai.

En plus de la variabilité des constituants majoritaires, nos résultats ont montré des constitants présents uniquement dans l'HE de la $1^{\text{ère}}$ récolte (acétate de Bornyl, α -(E) - Ionone, γ -Muurolene), ou uniquement dans la $2^{\text{ème}}$ récolte (δ -cadinène) ou uniquement dans la $3^{\text{ème}}$ récolte (Camphène, Myrcène, Acide tétradécanoïque) (Tab. III.1).

Nos résultats vont dans le même sens que ceux de plusieurs travaux antérieurs qui ont rapporté l'existance de variations quantitatives et qualitatives de la composition chimique des HEs en fonction de la période de récolte chez plusieurs espèces comme *Thymus vulgaris* (McGimpsey *et al.*, 1994), *Rosemarinus officinalis* (Celiktas *et al.*, 2007), *Mentha longifolia* (Hussain *et al.*, 2008), *Artemisia herba-alba* (Ghanmi *et al.*, 2010), *Achillea fragrantissima* (Elsharkawy & Nahed, 2018) et *Vitex trifolia* (Boveiri Dehsheikh *et al.*, 2019), D'après nos connaissances, aucune étude antérieure n'a rapporté l'effet da la période de récolte sur la composition chimique des HEs des feuilles de *Syzygium cumini* récoltées en Algérie.

La variabilité observée dans le pésent travail entre les trois périodes de récoltes peut être expliquée par le processus de biosynthèse des constituants. En effet, il a été démontré que les variations de la teneur et de la composition en huile essentielle pourraient être dues à l'effet des différentes saisons sur l'activité des enzymes (Burbott & Loomis, 1969).

La variabilité de la composition des HEs est influencée par certains facteurs, notamment le rayonnement, l'humidité, l'état du sol et la température. Les stress environnementaux lors des variations saisonnières peuvent également altérer les voies de biosynthèse (Pazouki *et al.*, 2016). Il a été raporté aussi que la température, l'humidité relative, la durée totale d'exposition au soleil et les régimes de vent ont une influence directe sur la composition chimique des HEs, en particulier chez les espèces possédants des structures histologiques pour le stockage de l'huile essentielle à la surface des feuilles (Valmorbida *et al.*, 2006).

Nous rapellons que la composition chimique des HES de *Syzygium cumini* de différentes origines a fait l'objet de plusieurs publications (Tab.III.2). Par contre, les HEs de *S. cumini* cultivée en Algérie n'a jamais fait l'objet d'aucune étude auparavant.

Le tableau III. 2 résume la composition chimique majeure des HEs de *S. cumini* à travers la littérature. Nos résultatts concernant la première (Janvier) et la deuxieme récolte (Mars) ont montré une différence considérable dans le profil chimique de l'HE des feuilles de *S. cumini* Algérienne, par rapport à celles des autres pays. La plupart des HEs de feuilles de *S. cumini* d'Egypte, du Brésil et d'Inde sont dominées par les monoterpènes avec le α-pinène (17,48%) comme premier composé (Tab.III.2). De même, les huiles essentielles obtenues à partir de tiges et de fruits de *S. cumini* du Brésil étaient dominées par le α-pinène (18,56 et 30,13 %, respectivement) (Tab.III.2). Dans la présente étude, l'α-pinène est présent dans la 1ère (Janvier) et la 2ème récolte mais pas comme constituant majoritaire. Il est présent avec un taux de 3,78% dans la 1ère récolte et avec un taux très faible (0,78%) dans la deuxième récolte.

Par ailleurs, d'autres huiles essentielles de feuilles de *S. cumini* d'Inde et d'Egypte sont toujours caractérisées par la dominance des monoterpènes, mais par le pinocarvéol (15,1%) (Jirovets *et al.*, 1999) et par le méthyl eugénol (22,5%) (Abdelhady, 2012), comme premier composé majoritaire.

En revanche, en accord avec nos résultats, l'huile essentielle de feuilles d'une autre espèce *S. cumini* d'origine indienne était riche en sesquiterpénique dominée par le α-humulène (12,30 %), le β-caryophyllène (6,34 %) et le cis-farnesol (5,04 %) (Bijauliya *et al.*, 2017). Dans l'étude de Machado *et al.* (2013) sur *S. cumini* du Brésil, la majorité des constituants sont également des sesquiterpènes dominés par le α-caryophyllène et le β-caryophyllène avec leurs dérivés alcools et époxydes. De la même manière, les huiles essentielles de fruits et de graines de *S. cumini* indienne étaient dominées par le α-Cadinol et le β-Caryophyllène en tant que composés sesquitepènes, respectivement (Nishandhini *et al.*, 2015; Scharf *et al.*, 2016).

Il est important de souligner que l'acide hexadécanoïde est le premier constituant majoritaire de notre HE de la première récolte, et le troisième constituant majoritaire dans l'HE de la troisième récolte et n'a jamais été détecté dans l'HE de *S. cumini* des études antérieures.

Concernant d'autres espèces du genre Syzygium, nos résultats sont cohérents avec ceux de Rameshkumar *et al.* (2015). Ces auteurs dans leur étude sur six éspèces du genre Syzygium (*S. arnottianum*, *S. caryophyllatum*, *S. hemisphericum*, *S. laetum*, *S. laetum*, *S. laetum* et *S. zeylanicum* var. zeylanicum) du sud de l'Inde ont rapporté la prédominance des sesquiterpènes avec la présence de caryophyllène et caryophyllène oxide dans l'HE de toutes ces éspèces étudiées à l'exception de *S. laetum*.

Tableau III.2. Rendement et composition chimique majeure des huiles essentielles de S. cumuni dans la littérature

| Origine/partie utilisée | Rendement (%) | Nombre/Composés majoritaires (%) | Réference |
|----------------------------|---------------|--|---|
| Egypte/fruits | 1,2 | 25/Méthyl eugénol (22,5), limonène (14,43), terpinéol (12,04) | Abdelhady et al., 2012 |
| Egypte/feuilles | 0,125 | 29/α-Pinène (17,53), α-terpinéol (16,67), allocimène (13,55), acetate-bornyl acétate (6,37) | Elansary et al., 2012 |
| | - | 49/α-pinène (32,32), β-pinène (12,44), trans- caryophyllène (11,19), 1, 3,6-octatriène (8,41) | Mohamed <i>et al.</i> , 2013 |
| | - | -/α-Pinène (17,26), β-pinène (11,28) et α-terpinéol (13,88) | Badawy & Abdelgaleil, 2014 |
| Brézil/feuilles | - | $8/\alpha$ -pinène (30), β -pinène (20), trans-ocimène (9,5), cis-ocimène (9) | Craveiro <i>et</i> al., 1983 |
| | 0,52 | 11/α-Pinène (31,85), -(Z)-ocimène (28,98), β-(E)-ocimène (11,71) | Dias <i>et al.</i> , 2013 |
| | - | 12/α-caryophllène (25,24), β-caryophyllène (16), α-terpinéol (9,08) | Machado et al., 2013 |
| | 0,05 | 39 / α-Pinène (22,2), cis-ocimène (10,2), β-caryophyllène (9,45), limonène (7,31) | Sciani <i>et al.</i> , 2013 |
| | 0,08 | $14/\alpha$ -Pinène (30,04), trans-β-ocimène (26,85), β-ocimène (11,13), alcool β-fenchylique (7,27) | Sobral - Souza <i>et al.</i> , 2014 |
| | - | 26/α-Pinène (48,09), nérolidol (8,73), nérol (7,15), nonalol (6,76) | Pereira <i>et al.</i> , 2017 |

| Brézil/tiges | - | $14/\alpha$ -pinène (18,56), cis-ocimène (14,83), β -pinène (12,61), trans-ocimène (12,24) | Craveiro et | | | |
|----------------|-----------|--|-------------------------------|--|--|--|
| Brézil/fruits | - | $10/\alpha$ -Pinène (30,13), cis-ocimène (18,50), trans- ocimène (12,10), β -pinène (10,81) | al., 1983 | | | |
| | 0,04 | -/Pinocarvéol (15,1), α-terpèneol (8,9), myrténol (8,3), eucarvone (6,6), muurolol (6,4) | Jirovetz et al., 1999 | | | |
| Inde/feuilles | - | -/ α -humulène (12,30), β -caryophyllène (6,34), cis-farnésol (5,04) | | | | |
| | - | 66/ α -Pinène (21,5), α -terpinène (9,5), δ -cadinène (8,3), trans-ocimène (6,8) | Nishandhini et al., 2015 | | | |
| | - | 61/ α -Pinène (17,2), β -(Z)-ocimène (10,9), β - pinène (8,6) | Saroj <i>et al.</i> , 2015 | | | |
| Inde/fruits | - | 34/α-Cadinol (25,8), α-pinène (12,4), myrcène (8,4), β-pinène (8) | Nishandhini et al., 2015 | | | |
| Inde/grains | 0,05-0,11 | β -caryophyllène (12,3-42,5), oxyde de caryophyllène (28,9-37,3), α -humulène (9,5-22,2), humulène époxyde II (13,1-17,1). | Scharf et al., 2016 | | | |
| Algérie/fleurs | 0,05 | 32/ α -pinène (15,97), (Z)- β -ocimène (13,8), oxyde de caryophyllène (12,65), β -caryophyllène (12,61), cis- β -farnesène (10,32). | Présente étude | | | |

D'après les résultats présentés dans le tableau III.1, et le regroupement bibliographique de la composition phytochimique de toutes les HEs de feuilles de toutes les populations de *S. cumini* à travers le monde et étudiées à ce jour (données représentées en partie sur le tableau III.2) les HEs de *S. cumini* présentent une très importante diversité phytochimique qualitative et quantitative. Bien qu'utilisé brièvement ici, l'analyse statistique est un outil puissant permettant de compléter les méthodes purement analytiques. Cette analyse statistique permet notamment dans notre cas, de comparer les différents jeux de données phytochimiques obtenus sur des HEs de feuilles de différentes populations afin d'estimer la nature de l'homogénété ou de la variabilité de la composition phytochimique de ces HEs. Pour cela, nous avons réalisé une analyse de classification hiérarchique. Cette analyse statistique est basée sur une matrice de la composition (%) des HEs incluant uniquement 36 composés majoritaires qui présentent une teneur >5%. Ces composés unis représentent une proportion de 59,6 % jusqu'à 97,43 % du contenu total de ces HEs.

La figure III.4 illustre le dendrogramme de la classification hiérarchique des HEs de feuilles de 14 populations et représentées par 16 échantillons HE de *S. cumini* à travers 4 pays (Algérie, Egypte, Brésil et Inde) où cette espèce est cultivée ou spontanée. L'analyse du cluster hiérarchique a divisé les HEs de ces populations de *S. cumini* étudiées à ce jour en deux grands groupes I et II. Le premier groupe (I) regroupe nos 3 HEs de nos 3 récoltes de cette espèce d'origine algérienne, DZ_FE-j, DZ_FE-m et DZ_FE-ma, qui sont des HEs distinctes de celles d'autres populations par la détection de 11 composés pour la première fois (voir Tab. III.1) dans les HEs de cette espèce notamment, des constituants avec des teneurs importantes tels que le phytol (1,08-6,27%), le cis-β-farnesene (5,22-7,96%) et l'hexadecanoic acid (5,44-17,96%) en plus l'eremophellene (3,76-5,22%) et le 4,5-di-epi-aristolechene (3,98-6,37%) qui ont été détectés qu'une seule fois dans les HEs de feuilles d'une population égyptienne et brésilienne, respectivement.

Dans notre cas, nos 3 HEs présentent deux nouveaux chémotypes, le chémotype **oxyde de caryophyllène** pour la récolte du mois de janvier (DZ_FE-j) et le chémotype **d'acide hexadécanoïde** pour la récolte du mois de mars (DZ_FE-m) avec le chémotype **α-pinène**, déjà connu, pour la récolte du mois de mai (DZ_FE-ma).

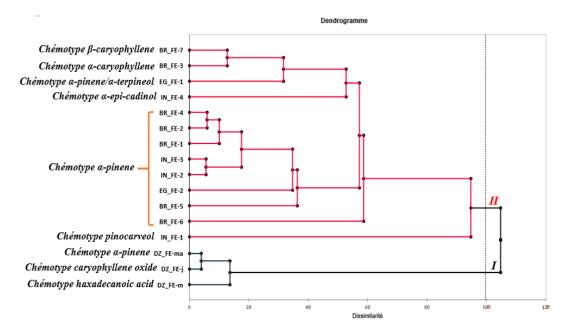


Figure III.4. Dendrogramme de l'analyse du cluster hiérarchique des HEs de feuilles de plusieurs populations de *S. cumini* d'origine algérienne, brésilienne, indienne et égyptienne

Cette classification est basée sur les teneurs (%) de 36 constituants majoritaires (>5%) des HEs de ces populations (données issues de la littérature et de la présente étude). L'HE de la présente étude sont mentionné par DZ. BR_FE-1, BR_FE-2, BR_FE-3, BR_FE-4, BR_FE-5, BR_FE-6 et BR_FE-7 = HEs de feuilles de plusieurs populations brésiliennes (Craveiro *et al.*, 1983; Dias *et al.*, 2013; Machado *et al.*, 2013; Pereira *et al.*, 2017; Reis *et al.*, 2021; Siani *et al.*, 2013; Sobral-Souza *et al.*, 2014) ; IN_FE-1, IN_FE-2, IN_FE-3, IN_FE-4 = HEs de feuilles des populations indienne (Jirovets *et al.*, 1999; Nishandhini *et al.*, 2015; Saroj *et al.*, 2015); EG_FE-1 et EG_FE-2 = HEs de feuille de populations égyptiennes (Elansary *et al.*, 2012; Mohamed *et al.*, 2013); DZ_FE-j, DZ_FE-m et DZ_FE-ma = HEs de feuilles de la population algérienne de Boumerdes de la présente étude pour 3 récoltes janvier, mars et mai, respectivement.

Au sein du groupe II, toutes les autres HEs sont groupées avec la distinction de 6 chémotypes : le chémotype pinocarveol pour une population indienne, le chémotype α -epicadinol pour une autre population indienne, le chémotype α -pinène/ α -terpineol pour une population égyptienne, le chémotype α -caryophyllène pour une population brésilienne et enfin le chémotype α -pinène, le plus abondant, pour le reste des populations (8) (égyptienne (1), brésilienne (5) et indienne (2)). Les HEs de ce groupe (II) se distinguent par l'absence totale de phytol chez toutes les HEs de ce groupe et qui a été caractérisé dans les HEs du groupe I. Par contre, la distinction de plusieurs chémotypes dans ce groupe se base sur la présence ou l'absence de tel composé ou de tel jeu de composé. A titre d'exemple, la séparation de l'HE de la population indienne (IN_FE-1), qui représente le chémotype pinocarveol, est basée sur la présence de pinocarveol, eucarvone et myrtenol qui ne sont détectés que dans l'HE de cette population. De même, le groupe II présente d'autres subdivisions selon le chémotypes.

Il est intéressant de signaler que d'après cette analyse statistique (Fig. III.4), que le facteur organe n'a aucune influence sur le chémotype de l'HE puisque toutes les HEs répertoriées ici dans cette analyse sont issues de feuilles. Au contraire, les HEs de feuilles de *S. cumuni* représentent une extraordinaire biodiversité en relation principalement avec les conditions géographiques et génétiques.

Conclusion et Perspectives

Dans le présent travail, on a tenté de contribuer à la valorisation d'une plante médicinale et aromatique tropicale très utilisée en médecine traditionnelle pour ses vertus thérapeutiques, mais non connu en Algérie. Cette étude rapporte pour la première fois les profils chimiques des huiles essentielles des feuilles de *S. cumini* cultivée en Algérie et récoltées sur trois périodes différentes (Janvier, Mars et Mai).

Nous avons, dans un premier temps, procédé à l'extraction par hydrodistillation-Clevenger des HEs des feuilles de *S. cumini*. Ensuite, nous avons analysé la composition chimique des composés volatils constituants ces HEs.

L'analyse chimique des composés volatils des HEs de *S. cumini* a été effectuée par la méthode de GC/MS. Selon cette analyse, 31 constituants sont détéctés : 23 dans l'HE des feuilles récoltées au mois de Janvier, 22 dans les feuilles récoltées au mois de Mars et 27 pour celles récoltées au mois de Mai. Parmi les constituants détectés ici, 8 molécules sont identifiées pour la première fois dans les HEs de *S. cumini*. Ce travail a permis de mettre en évidence une différence de la composition chimique des HEs extraites de feuilles de trois récoltes. Une diversité des constituants majoritaires entre les trois périodes de récoltes a été observée. De ce fait, nous rapportons dans le présent travail trois chémotypes différents des HES des feuilles de *S. cumini* Algérienne : le chémotype cayophyllen oxide (16,52%) détecté dans la récolte de Janvier, le chémotype Hexadecanoic acid (17,88%) dans la récolte de Mars et le chémotype α- pinene (13,48%) dans la troisième récolte du mois de Mai.

Les deux chemotypes cayophyllene oxide et Hexadecanoic acid sont deux nouveaux chemotypes détectés pour la première fois chez *S. cumini* récoltée en Algérie.

Vu l'importance que jouent les plantes aromatiques et médicinales pour notre santé et dans notre vie quotidienne, et en tenant compte des résultats obtenus dans cette étude, des études complémentaires pourront être envisagées dans plusieurs domaines.

- ♣ Il serait très intéressant de compléter l'analyse de la composition chimique de l'HE de S. cumini par d'autres techniques telle que la méthode GC/MS avec une colonne polaire et l'RMN.
- Etaler la période de récolte des feuilles sur toute l'année.

L'étude des activités bilogiques de ces HEs comme l'activité antimicrobienne, antioxidante et antiinflamatoire.

Références Bibliographiques

- Abdelhady, M. I. S. (2012). Essential oil extracted from fruits of Egyptian Eugenia jambolana has antimicrobial activity. *Natural Products*, 8(2), 68-71p.
- Adams, R. P. (2007). *Identification of essential oil components by gas chromatography/mass spectrometry*: Allured publishing corporation Carol Stream, IL.
- Afnor. (2000). Recueil de normes: les huiles essentielles. Paris: AFNOR.
- Ait Mbarek, L., Ait Mouse, H., Elabbadi, N., Bensalah, M., Gamouh, A., Aboufatima, R., Benharref, A., Chait, A., Kamal, M., & Dalal, A. (2007). Anti-tumor properties of blackseed (Nigella sativa L.) extracts. *Brazilian Journal of Medical Biological Research, 40*(0100-879X), 839-847p.
- Alitonou, G., Avlessi, F., Wotto, V. D., Ahoussi, E., Dangou, J., & Sohounhloué, D. C. (2004). Composition chimique, propriétés antimicrobiennes et activités sur les tiques de l'huile essentielle d'Eucalyptus tereticornis Sm. *Comptes Rendus Chimie, 7*(10-11), 1051-1055p.
- Allahverdiyev, A., Duran, N., Ozguven, M., & Koltas, S. (2004). Antiviral activity of the volatile oils of Melissa officinalis L. against Herpes simplex virus type-2. *Phytomedicine*, *11*(7-8), 657-661p.
- Allen, K. G., Banthorpe, D. V., Charlwood, B. V., & Voller, C. M. (1977). Biosynthesis of artemisia ketone in higher plants. *Phytochemistry*, *16*(1), 79-83p.
- Arun, R., Prakash, M. V. D., Abraham, S. K., & Premkumar, K. (2011). Role of Syzygium cumini seed extract in the chemoprevention of in vivo genomic damage and oxidative stress. *Journal of ethnopharmacology*, 134(2), 329-333p.
- Ayvaz, A., Sagdic, O., Karaborklu, S., & Ozturk, I. (2010). Insecticidal activity of the essential oils from different plants against three stored-product insects. *Journal of insect science*, 10(1), 13p.
- Ayyanar, M., & Subash-Babu, P. (2012). Syzygium cumini (L.) Skeels: A review of its phytochemical constituents and traditional uses. *Asian Pacific journal of tropical biomedicine*, *2*(3), 240-246p.
- Babu, K. G., & Kaul, V. (2005). Variation in essential oil composition of rose-scented geranium (Pelargonium sp.) distilled by different distillation techniques. *Flavour fragrance journal*, 20(2), 222-231p.
- Badawy, M. E. I., & Abdelgaleil, S. A. M. (2014). Composition and antimicrobial activity of essential oils isolated from Egyptian plants against plant pathogenic bacteria and fungi. *Industrial Crops and Products*, *52*, 776-782p.
- Bakkali, F., Averbeck, S., Averbeck, D., & Idaomar, M. (2008). Biological effects of essential oils—a review. *Food chemical toxicology*, *46*(2), 446-475p.
- Balandrin, M. F., Klocke, J. A., Wurtele, E. S., & Bollinger, W. H. (1985). Natural plant chemicals: sources of industrial and medicinal materials. *Science*, *228*(4704), 1154-1160p.
- Baliga, M. S., Bhat, H. P., Baliga, B. R. V., Wilson, R., & Palatty, P. L. (2011). Phytochemistry, traditional uses and pharmacology of Eugenia jambolana Lam.(black plum): a review. *Food Research International*, 44(7), 1776-1789p.
- Baliga, M. S., Fernandes, S., Thilakchand, K. R., D'souza, P., & Rao, S. (2013). Scientific validation of the antidiabetic effects of Syzygium jambolanum DC (black plum), a traditional medicinal plant of India. *The Journal of Alternative complementary medicine*, 19(3), 191-197p.
- Baqui, A., Kelley, J. I., Jabra-Rizk, M. A., DePaola, L. G., Falkler, W. A., & Meiller, T. F. (2001). In vitro effect of oral antiseptics on human immunodeficiency virus-1 and herpes simplex virus type 1. *Journal of clinical periodontology*, 28(7), 610-616p.
- Baranauskaite, J., Kubiliene, A., Marksa, M., Petrikaite, V., Vitkevičius, K., Baranauskas, A., & Bernatoniene, J. (2017). The influence of different oregano species on the antioxidant activity determined using HPLC postcolumn DPPH method and anticancer activity of carvacrol and rosmarinic acid. *BioMed Research International*, 2017, 7p.
- Barclay, L. R. C., Xi, F., & Norris, J. Q. (2006). Antioxidant Properties of Phenolic Lignin Model Compounds. *Journal of Wood Chemistry and Technology, 17*(1-2), 73-90p. doi:10.1080/02773819708003119

- Baskin, J., Ludlow, C., Harris, T., & Wolf, F. (1967). Psoralen, an inhibitor in the seeds of Psoralea subacauli (Leguminosae). *Phytochemistry*, *6*(9), 1209-1213p.
- Bassereau, M., Chaintreau, A., Duperrex, S., Joulain, D., Leijs, H., Loesing, G., Owen, N., Sherlock, A., Schippa, C., & Thorel, P. (2007). Chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse. Quantification of suspected volatile allergens in fragrances. 2. Data treatment strategies and method performances. *Journal of agricultural and food chemistry*, 55(1), 25-31p.
- Beaulieu, J. C., & Baldwin, E. A. (2002). Flavor and aroma of fresh-cut fruits and vegetables.

 Bechaalany, P. (2005). L'utilisation des huiles essentielles dans les affections inflammatoires en complément du traitement ostéopathique. Mémoire du diplôme ostéopathie animal.
- Beerling, J., Meakins, S., & Small, L. (2002). *Eucalyptus oil products: Formulations and legislation*.
- Belaïche, P. (Ed.) (1979). *Traité de Phytothérapie et d'Aromathérapie* (Ed Maloine S.A ed.). Paris.
- Besombes, C. (2008). Contribution à l'étude des phénomènes d'extraction hydro-thermomécanique d'herbes aromatiques: applications généralisées. Université de La Rochelle,
- Bharti, P., Bai, S., Seasotiya, L., Malik, A., & Dalal, S. (2012). Antibacterial activity and chemical composition of essential oils of ten aromatic plants against selected bacteria. *International Journal of Drug Development and Research, 4*(4), 342-351p.
- Bijauliya, R. K., Alok, S., Singh, M., & Mishra, S. B. (2017). Morphology, phytochemistry and pharmacology of Syzygium cumini (Linn.)-an overview. *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research*, 8(6), 2360-2371p.
- Bohlmann, J., & Keeling, C. I. (2008). Terpenoid biomaterials. *The Plant Journal, 54*(4), 656-669p. Boveiri Dehsheikh, A., Mahmoodi, M., Dehsheikh, P., Vitalini, S., Iriti, M., & Mottaghipisheh, J. (2019). A Comparative Study of Essential Oil Constituents and Phenolic Compounds of Arabian Lilac (Vitex Trifolia var. Purpurea): An Evidence of Season Effects. *Foods, 8*(2), 14p. doi:10.3390/foods8020052
- Bowles, E. J. (2004). *The chemistry of aromatherapeutic oils*. Crows Nest, NSW: Allen & Unwin. Brenes, A., & Roura, E. (2010). Essential oils in poultry nutrition: Main effects and modes of action. J Animal feed science technology. *158*(1-2), 1-14p.
- Brud, W. S. (2010). Industrial uses of essential oils [Press release]
- Bruneton, J. (1993). *Pharmacognosie, phytochimie, plantes Médicinales* (Lavoisier ed.). Paris.
- Bruneton, J. (1999). Plantes médicinales (Lavoisier Tec ed.). Paris.
- Burbott, A. J., & Loomis, W. D. (1969). Evidence for metabolic turnover of monoterpenes in peppermint. *Plant Physiology, 44*(2), 173-179p.
- Burt, S. (2004). Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods—a review. *International journal of food microbiology, 94*(3), 223-253p.
- Bustos-Segura, C., Dillon, S., Keszei, A., Foley, W. J., & Külheim, C. (2017). Intraspecific diversity of terpenes of Eucalyptus camaldulensis (Myrtaceae) at a continental scale. *Australian Journal of Botany*, 65(3), 257-269p.
- Caldefie-Chezet, F., Guerry, M., Chalchat, J., Fusillier, C., Vasson, M., & Guillot, J. (2004). Anti-inflammatory effects of Melaleuca alternifolia essential oil on human polymorphonuclear neutrophils and monocytes. *Free radical research*, *38*(8), 805-811p.
- Caldefie-Chézet, F., Fusillier, C., Jarde, T., Laroye, H., Damez, M., Vasson, M. P., & Guillot, J. (2006). Potential anti-inflammatory effects of Melaleuca alternifolia essential oil on human peripheral blood leukocytes. *Phytotherapy Research: An International Journal Devoted to Pharmacological Toxicological Evaluation of Natural Product Derivatives, 20*(5), 364-370p.
- Carson, C. F., Cookson, B. D., Farrelly, H. D., & Riley, T. V. (1995). Susceptibility of methicillin-resistant Staphylococcus aureus to the essential oil of Melaleuca alternifolia. *Journal of Antimicrobial Chemotherapy*, 35(3), 421-424p.
- Castillo, R. M., Stashenko, E., & Duque, J. E. (2017). Insecticidal and repellent activity of several plant-derived essential oils against Aedes aegypti. *journal of the American Mosquito Control Association*, 33(1), 25-35p.

- Celiktas, O. Y., Kocabas, E. H., Bedir, E., Sukan, F. V., Ozek, T., & Baser, K. (2007). Antimicrobial activities of methanol extracts and essential oils of Rosmarinus officinalis, depending on location and seasonal variations. *Food chemistry*, *100*(2), 553-559p.
- Christine, C., & Kate, H. (2011). *Chemistry and Bioactivity of Essential Oils*. Islande: John Wiley & Sons.
- Clément, R. P. (2005). Aux racines de la phytothérapie: entre tradition et modernité (1re partie). *Phytotherapie*, *3*(4), 171-175p. doi:
- Corrêa, M. P. (1984). *Dicionário das plantas úteis do Brasil e das exóticas cultivadas: HL* (Vol. 4): Ministério da Agricultura, Instituto Brasileiro de Desenvolvimento Florestal.
- Couic-Marinier, F., & Lobstein, A. (2013). Composition chimique des huiles essentielles. *Actualités pharmaceutiques*, *52*(525), 22-25p.
- Courtial, S. (2005). *Précis d'aromathérapie vétérinaire à l'usage des pharmaciens d'officine*. Université de Nantes France.
- Craveiro, A. A., Andrade, C. H. S., Matos, F. J. A., Alencar, J. W., & Machado, M. I. L. (1983). Essential oil of Eugenia jambolana. *Journal of natural products*, 46(4), 591-592p.
- Croteau, R., Kutchan, T. M., & Lewis, N. G. (2000). Natural products (secondary metabolites). Biochemistry molecular biology of plants, 24, 1250-1319p.
- Dacosta, Y. (2003). Les phytonutriments bioactifs: 669 références bibliographiques (Yves Dacosta ed.): .
- Davidson, P. M., & Naidu, A. S. (2000). Phytophenols [Press release]
- De Guzman, C. C., & Siemonsma, J. S. (1999). *Plant resources of South-East Asia no 13: spices*: Backhuys Publishers.
- Deans, S. G., & Ritchie, G. (1987). Antibacterial properties of plant essential oils. *International journal of food microbiology, 5*(2), 165-180p.
- Degryse, A., Delpla, I., & Voinier, M. (2008). *Risques et bénéfices possibles des huiles essentielles*. Retrieved from
- Dias, C. N., Rodrigues, K. A. F., Carvalho, F. A. A., Carneiro, S. M. P., Maia, J. G. S., Andrade, E. H. A., & Moraes, D. F. C. (2013). Molluscicidal and leishmanicidal activity of the leaf essential oil of Syzygium cumini (L.) SKEELS from Brazil. *Chemistry & biodiversity*, 10(6), 1133-1141p.
- Dib, I., Fauconnier, M.-L., Sindic, M., Belmekki, F., Assaidi, A., Berrabah, M., Mekhfi, H., Aziz, M., Legssyer, A., & Bnouham, M. (2017). Chemical composition, vasorelaxant, antioxidant and antiplatelet effects of essential oil of Artemisia campestris L. from Oriental Morocco. *BMC complementary alternative medicine*, 17(1), 1-15p.
- Edris, A. E. (2007). Pharmaceutical and therapeutic potentials of essential oils and their individual volatile constituents: a review. *Phytotherapy Research: An International Journal Devoted to Pharmacological Toxicological Evaluation of Natural Product Derivatives, 21*(4), 308-323p.
- Elansary, H. O., Salem, M. Z. M., Ashmawy, N. A., & Yacout, M. M. (2012). Chemical composition, antibacterial and antioxidant activities of leaves essential oils from Syzygium cumini L., Cupressus sempervirens L. and Lantana camara L. from Egypt. *Journal of Agricultural science*, *4*(10), 144p.
- Elsharkawy, E., & Nahed, N. E.-D. M. (2018). Effect of seasonal variations on the yield of essential oil and antioxidant of Achillea fragrantissima (Forssk) Sch. Bip. *African Journal of Biotechnology*, *17*(28), 892-897p.
- Elson, C. E., Peffley, D. M., Hentosh, P., & Mo, H. (1999). Isoprenoid-mediated inhibition of mevalonate synthesis: potential application to cancer. *Proceedings of the Society for Experimental Biology and Medicine*, 221(4), 294-311p.
- Exemples d'huiles essentielles issues de différentes parties de plantes Retrieved from www.sciencedirect.com
- Farnsworth, N. R., Akerele, O., Bingel, A. S., Soejarto, D. D., & Guo, Z. (1986). Place des plantes médicinales dans la thérapeutique. *Bulletin of the World Health Organization*, 64(2), 159p.

- Fellah, S., Romdhane, M., & Abderraba, M. (2006). Extraction et étude des huiles essentielles de la Salvia officinalis. I cueillie dans deux régions différentes de la Tunisie. *Journal-Societe Algerienne De Chimie, 16*(2), 193p.
- Fernandez, X., & Chemat, F. (2012). La chimie des huiles essentielles (Editions Vuibert. ed.).
- Fleurs de Syzygium cumuni (L.) Skeels. Retrieved from https://fr.wikipedia.orgv
- Folliard, T. (2014). Petit Larousse des huiles essentielles. paris: Larousse.
- Fraga, B. M. (1988). Natural sesquiterpenoids. Natural Product Reports, 5, 497-521p.
- France-Ida, J. (1996). Bref survol de diverses méthodes d'extraction d'huiles essentielles. *Infoessence, 3*(1996), 5-6p.
- Franchomme, P., Jollois, R., & Pénoël, D. (2001). L'Aromathérapie exactement: encyclopédie de l'utilisation thérapeutique des extraits aromatiques (Roger Jollois ed.).
- Franchomme, P., & Penoel, D. (1990). L'aromathérapie exactement encyclopédie de l'utilisation thérapeutique des huiles essentielles. (Jollois, Limodes ed.).
- Frodin, D. G. (2004). History and concepts of big plant genera. *Taxon*, *53*(3), 753-776p.
- Garcia-Salas, P., Morales-Soto, A., Segura-Carretero, A., & Fernández-Gutiérrez, A. (2010). Phenolic-compound-extraction systems for fruit and vegetable samples. *Molecules*, 15(12), 8813-8826p.
- Garnero, J. (1991). Les huiles essentielles, leurs obtentions, leurs compositions, leurs analyses et leurs normalisations (Techniques ed.). Paris, France.
- Gazengel, J.-M., & Orecchioni, A.-M. (2013). Le préparateur en pharmacie. *Guide théorique et pratique, 374*.
- Ghanmi, M., Satrani, B., Aafi, A., Isamili, M. R., Houti, H., El Monfalouti, H., Benchakroun, K. H., Aberchane, M., Harki, L., & Boukir, A. (2010). Effet de la date de récolte sur le rendement, la composition chimique et la bioactivité des huiles essentielles de l'armoise blanche (Artemisia herba-alba) de la région de Guerçif (Maroc oriental). *Phytotherapie*, 8(5), 295-301p.
- Govaerts, R., Sobral, M., Ashton, P., Barrie, F., Holst, B. K., Landrum, L. L., Matsumoto, K., Mazine, F. F., Lughadha, E. N., & Proneça, C. (2008). *World checklist of Myrtaceae*: Royal Botanic Gardens.
- Greathead, H. (2003). Plants and plant extracts for improving animal productivity. *Proceedings of the nutrition Society, 62*(2), 279-290p.
- Hamid, A., Aiyelaagbe, O., & Usman, L. (2011). Essential oils: its medicinal and pharmacological uses. *International journal of Current research*, 33(2), 86-98p.
- Hart, P., Brand, C., Carson, C., Riley, T., Prager, R., & Finlay-Jones, J. (2000). Terpinen-4-ol, the main component of the essential oil of Melaleuca alternifolia (tea tree oil), suppresses inflammatory mediator production by activated human monocytes. *Inflammation Research*, 49(11), 619-626p.
- Hartmann, T. (2007). From waste products to ecochemicals: fifty years research of plant secondary metabolism. *Phytochemistry*, *68*(22-24), 2831-2846p.
- Hasegawa, T., Takano, F., Takata, T., Niiyama, M., & Ohta, T. (2008). Bioactive monoterpene glycosides conjugated with gallic acid from the leaves of Eucalyptus globulus. *Phytochemistry*, *69*(3), 747-753p.
- Hegnauer, R. (1988). Biochemistry, distribution and taxonomic relevance of higher plant alkaloids. *Phytochemistry*, *27*(8), 2423-2427p.
- Helmstädter, A. (2008). Syzygium cumini (L.) SKEELS (Myrtaceae) against diabetes–125 years of research. *International Journal of Pharmaceutical Sciences, 63*(2), 91-101p.
- Henriques, A., Sobral, M., Cauduro, A., Schapoval, E., Bassani, V., Lamaty, G., Menut, C., & Bessière, J. (1993). Aromatic plants from Brazil. II. The chemical composition of some Eugenia essential oils. *Journal of Essential Oil Research*, 5(5), 501-505p.
- Herbert, R. B. (1989). *The Biosythesis of secondary metabolites* (C. a. Halle Ed. 2éme edition ed. Vol. 2).

- Hernandez Ochoa, L. R. (2005). Substitution de solvants et matières actives de synthèse par un combiné «solvant/actif» d'origine végétale.
- Heywood, V. H., Moore, D., Richardson, I., & Stearn, W. T. (1993). *Flowering plants of the world*: Oxford university press.
- Hmamouchi, M. (1999). Les plantes médicinales et aromatiques marocaines (Fedala ed.). Mohammedia.
- Ho, S., Cheng, L., Sim, K., & Tan, H. (1994). Potential of cloves (Syzygium aromaticum (L.) Merr. and Perry as a grain protectant against Tribolium castaneum (Herbst) and Sitophilus zeamais Motsch. *Postharvest Biology Technology*, *4*(1-2), 179-183p.
- Hopkins, W. (2003). *Physiologie végétale traduction de la 2ème edition américaine par SERGE RAMBOUR* (DEBOEK Université ed.). Bruxelles.
- Hulin, V., Mathot, A. G., Mafart, P., & Dufossé, L. (1998). Les proprietés anti-microbiennes des huiles essentielles et composés d'arômes. *Sciences des aliments*, *18*(6), 563-582p.
- Hussain, A. I., Anwar, F., Sherazi, S. T. H., & Przybylski, R. (2008). Chemical composition, antioxidant and antimicrobial activities of basil (Ocimum basilicum) essential oils depends on seasonal variations. *Food chemistry*, *108*(3), 986-995p.
- Inouye, S., Tsuruoka, T., Uchida, K., & Yamaguchi, H. (2001). Effect of sealing and Tween 80 on the antifungal susceptibility testing of essential oils. *Microbiology Immunology, 45*(3), 201-208p.
- Jirovets, L., Buchbauer, G., Puschmann, C. H., Fleischhacker, W., Shafi, P. M., & Rosamma, M. K. (1999). Analysis of the essential oil of the fresh leaves of Syzygium cumini and Syzygium travancoricoricum from South India. *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, 2, 68-77p.
- Joo, J. H., & Jetten, A. M. (2010). Molecular mechanisms involved in farnesol-induced apoptosis. *Cancer letters, 287*(2), 123-135p.
- Kalemba, D., & Kunicka, A. (2003). Antibacterial and antifungal properties of essential oils. *Current medicinal chemistry*, *10*(10), 813-829.
- Karioti, A., Vrahimi-Hadjilouca, T., Droushiotis, D., Rancic, A., Hadjipavlou-Litina, D., & Skaltsa, H. (2006). Analysis of the essential oil of Origanum dubium growing wild in Cyprus. Investigation of its antioxidant capacity and antimicrobial activity. *Planta medica, 72*(14), 1330-1334p.
- Kaul, P. N., Bhattacharya, A. K., Rajeswara Rao, B. R., Syamasundar, K. V., & Ramesh, S. (2003).
 Volatile constituents of essential oils isolated from different parts of cinnamon (Cinnamomum zeylanicum Blume). *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 83(1), 53-55p.
- Kelly, D. J. (1998). The physiology and metabolism of the human gastric pathogen Helicobacter pylori. *Advances in microbial physiology, 40,* 137-189p.
- Khandelwal, K. R. (2008). *Practical pharmacognosy*: Pragati Books Private Limited.
- Kogan, S., Kaliya, M., & Froumin, N. (2006). Liquid phase isomerization of isoprenol into prenol in hydrogen environment. *Applied Catalysis A: General, 297*(2), 231-236p.
- Koh, K., Pearce, A., Marshman, G., Finlay-Jones, J., & Hart, P. H. (2002). Tea tree oil reduces histamine-induced skin inflammation. *British Journal of Dermatology*, 147(6), 1212-1217p.
- Kumar, A., Raju, I., Jayachandran, T., Deecaraman, M., Aravindan, P., Padmanabhan, N., & Krishan, M. (2008). Anti-diabetic activity of Syzygium cumini and it's isolated compound against streptozotocin-induced diabetic rats. *Journal of Medicinal Plants Research*, 2, 246-249p.
- Lafferty, M. F., & Stauffer, D. (1994). Wiley Registry of Mass Spectral Data. 6th Ed., Mass Spectrometry Library Search System Bench-Top/PBM, version 3.10d, Palisade, Newfield: .
- Lagunez Rivera, L. (2006). Etude de l'extraction de métabolites secondaires de différentes matières végétales en réacteur chauffé par induction thermomagnétique directe.
- Lahlou, M. (2004). Methods to study the phytochemistry and bioactivity of essential oils. Phytotherapy Research: An International Journal Devoted to Pharmacological Toxicological Evaluation of Natural Product Derivatives, 18(6), 435-448p.

- Laouer, H. (2004). Inventaire de la flore médicinale utilisée dans les régions de Sétif, de Bejaia, de Msila et de Djelfa, composition et activité antimicrobienne des huiles essentielles d'Ammoides pusilla et de Magydaris pastinacea. Thèse de Doctorat d'état, Département de Biologie, Faculté des sciences, UFA,
- Lee, B.-H., Choi, W.-S., Lee, S.-E., & Park, B.-S. (2001). Fumigant toxicity of essential oils and their constituent compounds towards the rice weevil, Sitophilus oryzae (L.). *Crop protection*, 20(4), 317-320p.
- Loomis, W. d., & Croteau, R. (1980). Biochemistry of terpenoids. In *Lipids: structure and function* (pp. 363-418p): Elsevier.
- Lubbe, A., & Verpoorte, R. (2011). Cultivation of medicinal and aromatic plants for specialty industrial materials. *Industrial crops products*, *34*(1), 785-801p.
- Lucchesi, M.-E. (2005). Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes Conception et Application à l'extraction des huiles essentielles. Université de la Réunion,
- Lugasi, A. (2003). The role of antioxidant phytonutrients in the prevention of diseases. *Acta biologica szegediensis*, 47(1-4), 119-125p.
- Luna, A., Lema-Alba, R., Dambolena, J. S., Zygadlo, J. A., Lábaque, M. C., & Marin, R. H. (2017). Thymol as natural antioxidant additive for poultry feed: oxidative stability improvement. *Poultry Science*, *96*(9), 3214-3220p.
- Machado, R. R. P., Jardim, D. F., Souza, A. R., Scio, E., Fabri, R. L., Carpanez, A. G., Grazul, R. M., de Mendonça, J. P. R. F., Lesche, B., & Aarestrup, F. M. (2013). The effect of essential oil of Syzygium cumini on the development of granulomatous infl ammation in mice. *Revista Brasileira de Farmacognosia, 23*(3), 488-496p.
- Mahmoud, I. I., Marzouk, M. S., Moharram, F. A., El-Gindi, M. R., & Hassan, A. M. (2001). Acylated flavonol glycosides from Eugenia jambolana leaves. *Phytochemistry*, *58*(8), 1239-1244p.
- Mann, J. (1987). Secondary metabolism. Clarendon press. Oxford. [Press release]
- Mantle, D., Anderton, J. G., Falkous, G., Barnes, M., Jones, P., & Perry, E. K. (1998). Comparison of methods for determination of total antioxidant status: application to analysis of medicinal plant essential oils. *Journal of Comparative Biochemistry Physiology*, 121(4), 385-391p.
- Maruyama, N., Sekimoto, Y., Ishibashi, H., Inouye, S., Oshima, H., Yamaguchi, H., & Abe, S. (2005). Suppression of neutrophil accumulation in mice by cutaneous application of geranium essential oil. *Journal of Inflammation*, 2(1), 1-11p.
- Mastan, S., Chaitanya, G., Latha, T. B., Srikanth, A., Sumalatha, G., & Kumar, K. E. (2009).

 Cardioprotective effect of methanolic extract of Syzygium cumini seeds on isoproterenol-induced myocardial infarction in rats. *Journal of Der Pharmacia Lettre*, 1(1), 143-149p.
- McGimpsey, J. A., Douglas, M. H., Van Klink, J. W., Beauregard, D. A., & Perry, N. B. (1994).

 Seasonal variation in essential oil yield and composition from naturalized Thymus vulgaris
 L. in New Zealand. *Flavour and Fragrance Journal*, *9*(6), 347-352p.
- Medeiros, F. C. M., Del Menezzi, C. H. S., Vieira, R. F., Fernandes, Y. F. M., Santos, M. C. S., & Bizzo, H. R. (2018). Scents from Brazilian Cerrado: chemical composition of the essential oil from Psidium laruotteanum Cambess (Myrtaceae). *Journal of Essential Oil Research, 30*(4), 253-257p. doi:10.1080/10412905.2018.1462740
- Miguel, M. G. (2010). Antioxidant and anti-inflammatory activities of essential oils: a short review. *Molecules*, 15(12), 9252-9287p.
- Millet, F. (2015). Le grand guide des huiles essentielles: Marabout.
- Mohamed, A. A., Ali, S. I., & El-Baz, F. K. (2013). Antioxidant and antibacterial activities of crude extracts and essential oils of Syzygium cumini leaves. *Plos one, 8*(4), 7p.
- Morin, P., & Richard, H. (1984). *Thermal degradation of linally acetate during steam distillation*. Paper presented at the Weurman flavour research symposium.
- Morton, J. F. (1987). Fruits of warm climates: JF Morton.
- Naganuma, M., Hirose, S., Nakayama, Y., Nakajima, K., & Someya, T. (1985). A study of the phototoxicity of lemon oil. *Archives of dermatological research*, *278*(1), 31-36p.

- Nishandhini, S., Sudha, V., Mallavarapu, G. R., & Murugan, R. (2015). Chemical compositions, α-amylase inhibitory and antioxidant activities of the essential oils from unripe fruit pulp and leaves of Syzygium cumini. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 7(2), 511-514p.
- Ogata, M., Hoshi, M., Urano, S., & Endo, T. (2000). Antioxidant activity of eugenol and related monomeric and dimeric compounds. *Chemical Pharmaceutical Bulletin, 48*(10), 1467-1469p.
- Ogunwande, I., Olawore, N., Ekundayo, O., Walker, T., Schmidt, J., & Setzer, W. (2005). Studies on the essential oils composition, antibacterial and cytotoxicity of Eugenia uniflora L. *International journal of Aromatherapy*, *15*(3), 147-152p.
- Olivoto, T., Nardino, M., Carvalho, I. R., Follmann, D. N., Szareski, V., Jardel, i., Ferrari, M., de Pelegrin, A. J., & de Souza, V. Q. o. (2017). Plant secondary metabolites and its dynamical systems of induction in response to environmental factors: A review. *African Journal of Agricultural Research*, 12(2), 71-84p.
- Orwa, C. (2009). Agroforestree Database: a tree reference and selection guide, version 4.0.
- Padovan, A., Keszei, A., Külheim, C., & Foley, W. J. (2014). The evolution of foliar terpene diversity in Myrtaceae. *Phytochemistry reviews*, *13*(3), 695-716p.
- Padrini, F., Lucheroni, M. T., & Turrini, N. (1996). *Le grand livre des huiles essentielles*: De Vecchi. Paiva, J. (1997). *Myrtaceae* (Flora Iberica ed.). Real Jardin Botdnico, CSIC, Madrid.
- Paris, M., & Hurabielle, M. (1981). Abrégé de matière médicale: Monographies (2. Partie): plantes actives sur le système nerveux, sur l'appareil digestif, plantes cardiotoniques, plantes antiparasitaires, plantes insecticides, antibiotiques et antitumoraux d'origine végétale: Masson.
- Parnell, J. A. N., Craven, L. A., & Biffin, E. (2007). Matters of scale: dealing with one of the largest genera of angiosperms. In *Reconstructing the tree of life: taxonomy and systematics of species rich taxa*: CRC Press LLC.
- Pazouki, L., Kanagendran, A., Li, S., Kännaste, A., Memari, H. R., Bichele, R., & Niinemets, Ü. (2016). Mono-and sesquiterpene release from tomato (Solanum lycopersicum) leaves upon mild and severe heat stress and through recovery: From gene expression to emission responses. *Environmental Experimental Botany, 132*, 1-15p.
- Peana, A. T., D'Aquila, P. S., Panin, F., Serra, G., Pippia, P., & Moretti, M. D. L. (2002). Antiinflammatory activity of linalool and linalyl acetate constituents of essential oils. *Phytomedicine*, *9*(8), 721-726p.
- Pereira, N. L. F., Aquino, P. E. A., Júnior, J. G. A. S., Cristo, J. S., Vieira Filho, M. A., Moura, F. F., Ferreira, N. M. N., Silva, M. K. N., Nascimento, E. M., & Correia, F. M. A. (2017). Antibacterial activity and antibiotic modulating potential of the essential oil obtained from Eugenia jambolana in association with led lights. *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology, 174*, 144-149p.
- Periasamy, V. S., Athinarayanan, J., & Alshatwi, A. A. (2016). Anticancer activity of an ultrasonic nanoemulsion formulation of Nigella sativa L. essential oil on human breast cancer cells. *Ultrasonics sonochemistry*, *31*, 449-455p.
- Pibiri, M.-C. (2006). Assainissement microbiologique de l'air et des systèmes de ventilation au moyen d'huiles essentielles. Retrieved from
- Pino, J. A., Mesa, J., Muñoz, Y., Martí, M. P., & Marbot, R. (2005). Volatile components from mango (Mangifera indica L.) cultivars. *Journal of agricultural and food chemistry*, 53(6), 2213-2223p.
- Prieto, J. A., Patiño, O. J., Delgado, W. A., Moreno, J. P., & Cuca, L. E. (2011). Chemical composition, insecticidal, and antifungal activities of fruit essential oils of three Colombian Zanthoxylum species. *Chilean journal of agricultural research*, 71(1), 73p.
- Pudziuvelyte, L., Stankevicius, M., Maruska, A., Petrikaite, V., Ragazinskiene, O., Draksiene, G., & Bernatoniene, J. (2017). Chemical composition and anticancer activity of Elsholtzia ciliata

- essential oils and extracts prepared by different methods. *Industrial Crops and Products,* 107, 90-96p.
- Quezel, P., & Santa, S. (1963). *Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales*. Retrieved from
- Rahman, A., Shanta, Z. S., Rashid, M. A., Parvin, T., Afrin, S., Khatun, M. K., & Sattar, M. A. (2016). In vitro antibacterial properties of essential oil and organic extracts of Premna integrifolia Linn. *Arabian Journal of Chemistry*, *9*, 475-479p.
- Rameshkumar, K. B., P., A. A. A., & Vinodkumar, T. G. (2015). Leaf essential oil composition of six Syzygium species from the Western Ghats, South India. *Records of natural products*, *9*(4), 592p.
- Raven, H., Evert R.F , & Eichhom S.E. (2000). *Biologie Végétale* Paris: B.Jules., Et M Charles, Trad.
- Razavi, S. M., Nesrollahi, P., & Ghasemian, A. (2017). Antioxidant potential of lettuce treated by thymol as an allochemical. *Open Biological Science*, *2*(1), 012-015p.
- Razzaghi-Abyaneh, M., Shams-Ghahfarokhi, M., Rezaee, M.-B., Jaimand, K., Alinezhad, S., Saberi, R., & Yoshinari, T. (2009). Chemical composition and antiaflatoxigenic activity of Carum carvi L., Thymus vulgaris and Citrus aurantifolia essential oils. *Food Control, 20*(11), 1018-1024p.
- Reid, K., Jäger, A., Light, M., Mulholland, D., & Van Staden, J. (2005). Phytochemical and pharmacological screening of Sterculiaceae species and isolation of antibacterial compounds. *Journal of ethnopharmacology*, *97*(2), 285-291p.
- Reis, A. S., de Sousa Silva, L., Martins, C. F., & de Paula, J. R. (2021). Analysis of the volatile oils from three species of the gender Syzygium. *Research, Society and Development, 10*(7), 1-10p.
- Rekha, N., Balaji, R., & Deecaraman, M. (2008). Effect of aqueous extract of Syzygium cumini pulp on antioxidant defense system in streptozotocin induced diabetic rats. *Journal of Pharmacology Therapeutics*, 7(2), 137-145p.
- Richard, H. (1992). Epices et Aromates. Paris.
- Richard, H., & Multon, J. L. (1992). Les arômes alimentaires (Ed Lavoisier ed.). Paris.
- Ruan, Z. P., Zhang, L. L., & Lin, Y. M. (2008). Evaluation of the antioxidant activity of Syzygium cumini leaves. *Molecules*, 13(10), 2545-2556p.
- Ruberto, G., & Baratta, M. T. (2000). Antioxidant activity of selected essential oil components in two lipid model systems. *Food chemistry*, *69*(2), 167-174p.
- Russell, M. F., & Southwell, I. A. (2003). Monoterpenoid accumulation in 1, 8-cineole, terpinolene and terpinen-4-ol chemotypes of Melaleuca alternifolia seedlings. *Phytochemistry*, *62*(5), 683-689p.
- Santoyo, S., Cavero, S., Jaime, L., Ibanez, E., Senorans, F. J., & Reglero, G. (2006). Supercritical carbon dioxide extraction of compounds with antimicrobial activity from Origanum vulgare L.: determination of optimal extraction parameters. *Journal of food protection*, 69(2), 369-375p.
- Saroj, A., Pragadheesh, V. S., Yadav, A., Singh, S. C., Samad, A., Negi, A. S., & Chanotiya, C. S. (2015). Anti-phytopathogenic activity of Syzygium cumini essential oil, hydrocarbon fractions and its novel constituents. *Industrial Crops and Products, 74*, 327-335p.
- Scharf, D. R., Simionatto, E. L., Kassuya, C. A. L., & Stefanello, M. É. A. (2016). Essential oil from Eugenia jambolana seeds: chemical composition and changes during storage. *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, 19(8), 2077-2082p.
- Schauenberg, P., & Paris, F. (2006). *Guide des plantes médicinales: analyse, description et utilisation de 400 plantes*: Delachaux et Niestlé.
- Senatore, F. (1996). Influence of harvesting time on yield and composition of the essential oil of a thyme (Thymus pulegioides L.) growing wild in Campania (Southern Italy). *Journal of agricultural and food chemistry*, 44(5), 1327-1332p.
- Shafi, P. M., Rosamma, M. K., Jamil, K., & Reddy, P. S. (2002). Antibacterial activity of Syzygium cumini and Syzygium travancoricum leaf essential oils. *Fitoterapia*, *73*(5), 414-416p.

- Shahi, C., Leitch, M., & Laforest, S. (2009). Marketing Intelligence System for Small-Scale Essential Oils Industry of North-Western Ontario. *Seeing the Forest Beyond the Trees*, 355p.
- Shan, B., Cai, Y. Z., Sun, M., & Corke, H. (2005). Antioxidant capacity of 26 spice extracts and characterization of their phenolic constituents. *Journal of agricultural food chemistry*, 53(20), 7749-7759p.
- Sharma, B., Viswanath, G., Salunke, R., & Roy, P. (2008). Effects of flavonoid-rich extract from seeds of Eugenia jambolana (L.) on carbohydrate and lipid metabolism in diabetic mice. *Food chemistry, 110*(3), 697-705p.
- Siani, A. C., Souza, M. C., Henriques, M. G. M. O., & Ramos, M. F. S. (2013). Anti-inflammatory activity of essential oils from Syzygium cumini and Psidium guajava. *Pharmaceutical biology*, *51*(7), 881-887p.
- Singh, D. K., & Singh, V. K. (2008). Pharmacological Effects of Allium Sativum L.(Garlic). *Annual Review of Biomedical Sciences*, 10, 6-26p.
- Sinico, C., De Logu, A., Lai, F., Valenti, D., Manconi, M., Loy, G., Bonsignore, L., & Fadda, A. M. (2005). Liposomal incorporation of Artemisia arborescens L. essential oil and in vitro antiviral activity. *European Journal of Pharmaceutics Biopharmaceutics*, *59*(1), 161-168p.
- Site géographique de la récolte de S. cumini utilisée dans cette étude. https://www.google.com/intl/fr/earth/
- Smith, C. K., Moore, C. A., Elahi, E. N., Smart, A. T., & Hotchkiss, S. A. (2000). Human skin absorption and metabolism of the contact allergens, cinnamic aldehyde, and cinnamic alcohol. *Toxicology applied pharmacology, 168*(3), 189-199p.
- Sobral-Souza, C. E., Leite, N. F., Cunha, F. A. B., Pinho, A. I., Albuquerque, R. S., Carneiro, J. N. P., Menezes, I. R. A., Costa, J. G. M., Franco, J. L., & Coutinho, H. D. M. (2014). Cytoprotective effect against mercury chloride and bioinsecticidal activity of Eugenia jambolana Lam. *Arabian Journal of Chemistry, 7*(1), 165-170p.
- Souza-Moreira, T. M., Severi, J. A., Rodrigues, E. R., de Paula, M. I., Freitas, J. A., Vilegas, W., & Pietro, R. C. L. R. (2018). Flavonoids from Plinia cauliflora (Mart.) Kausel (Myrtaceae) with antifungal activity. *Natural product research*, *33*(17), 2579-2582p.
- Spichiger, R.-E., Figeat-Hug, M., & Jeanmonod, D. (2002). Botanique systématique des plantes à fleurs: une approche phylogénétique nouvelle des angiospermes des régions tempérées et tropicales: PUR presses polytechniques.
- Srivastava, K. C., Bordia, A., & Verma, S. K. (1995). Garlic (Allium sativum) for disease prevention. South African Journal of Science, 91, 68-75p.
- Srivastava, S., & Chandra, D. (2013). Pharmacological potentials of Syzygium cumini: a review. *Journal of the Science of Food Agriculture, 93*(9), 2084-2093p.
- Stefanello, M. É. A., Pascoal, A. C., & Salvador, M. J. (2011). Essential oils from neotropical Myrtaceae: chemical diversity and biological properties. *Chemistry biodiversity, 8*(1), 73-94n
- Structure de quelques monoterpènes. Retrieved from https://www.researchgate.net/figure/Chemical-structures
- Structure de quelques sesquiterpènes.
- Sudipta, J., Asit, R., Anwesha, B., Ambika, S., Noohi, N., Suprava, S., Basudeba, K., Jeetendranath, P., Pratap, C. P., & Sanghamitra, N. (2017). Chemical composition and antioxidant activity of essential oil from leaves and rhizomes of Curcuma angustifolia Roxb. *Natural product research*, 31(12), 2188–2191p.
- Sukmasari, S., Mohd, F. N., Qader, O. A. J. A., & Rahman, M. N. A. (2018). Total phenolic content, flavonoid content, and antioxidant capacity of Syzygium. Cumini (L.) Skeels leaves grown in Wonosobo, Java, Indonesia and comparison against current findings of Syzygium cumini leaves and Syzygium polyanthum (Wight) Walp leaves. *Journal of Pharmaceutical Sciences Research*, 10(1), 31-35p.

- Tanwar, R. S., Sharma, S. B., Singh, U. R., & Prabhu, K. M. (2011). Antiatherosclerotic potential of active principle isolated from Eugenia jambolana in streptozotocin-induced diabetic rats. *Evidence-Based Complementary Alternative Medicine, 2011.*
- Tapondjou, A. L., Bouda, H., Fontem, D. A., Zapfack, L., Lontsi, D., & L, S. B. (2000). Local plants used for traditional stored product protection in the Menoua division of the Western Highlands of Cameroon. *Integrated Protection of stored Products/ IOBC Bulletin,* (23), 73-77p.
- Tatman, D., & Mo, H. (2002). Volatile isoprenoid constituents of fruits, vegetables and herbs cumulatively suppress the proliferation of murine B16 melanoma and human HL-60 leukemia cells. *Cancer letters*, 175(2), 129-139p.
- Teissedre, P. L., & Waterhouse, A. L. (2000). Inhibition of oxidation of human low-density lipoproteins by phenolic substances in different essential oils varieties. *Journal of agricultural and food chemistry*, 48(9), 3801-3805p.
- Teixeira, B., Marques, A., Ramos, C., Neng, N. R., Nogueira, J. M. F., Saraiva, J. A., & Nunes, M. L. (2013). Chemical composition and antibacterial and antioxidant properties of commercial essential oils. *Industrial Crops and Products*, *43*, 587-595p.
- Thompson, J. D., Chalchat, J.-C., Michet, A., Linhart, Y. B., & Ehlers, B. (2003). Qualitative and quantitative variation in monoterpene co-occurrence and composition in the essential oil of Thymus vulgaris chemotypes. *Journal of chemical ecology*, 29(4), 859-880p.
- Timbola, A., Szpoganicz, B., Branco, A., Monache, F., & Pizzolatti, M. (2002). A new flavonol from leaves of Eugenia jambolana. *Fitoterapia*, 73(2), 174-176p.
- Traoré, M. C. (2006). Etude de la phytochimie et des activités biologiques de quelques plantes utilisées dans le traitement traditionnel de la dysménorrhée au mali. Faculté de Médecine, de Pharmacie et d'Odonto,
- Valmorbida, J., Boaro, C., Marques, M., & Ferri, A. (2006). Rendimento e composição química de óleos essenciais de Mentha piperita L. cultivada em solução nutritiva com diferentes concentrações de potássio. *Revista Brasileira de Plantas Medicinais*, 8(4), 56-61p.
- Vera, S. S., Zambrano, D. F., Méndez-Sanchez, S. C., Rodríguez-Sanabria, F., Stashenko, E. E., & Luna, J. E. D. (2014). Essential oils with insecticidal activity against larvae of Aedes aegypti (Diptera: Culicidae). *Parasitology Research*, 113(7), 2647-2654p.
- Verpoorte, R. (1998). Exploration of nature's chemodiversity: the role of secondary metabolites as leads in drug development. *Drug Discovery Today*, *3*(5), 232-238p.
- Viuda-Martos, M., Mohamady, M. A., Fernández-López, J., Abd ElRazik, K. A., Omer, E. A., Pérez-Alvarez, J. A., & Sendra, E. (2011). In vitro antioxidant and antibacterial activities of essentials oils obtained from Egyptian aromatic plants. *Food Control, 22*(11), 1715-1722p. doi:https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2011.04.003
- Viuda-Martos, M., Ruiz Navajas, Y., Sánchez Zapata, E., Fernández-López, J., & Pérez-Álvarez, J. A. (2009). Antioxidant activity of essential oils of five spice plants widely used in a Mediterranean diet. *Flavour fragrance journal*, 25(1), 13-19p.
- Vogler, B., & Ernst, E. (1999). Aloe vera: a systematic review of its clinical effectiveness. *British journal of general practice*, 49(447), 823-828p.
- Wagstaff, A. J., Faulds, D., & Goa, K. L. (1994). Aciclovir. *Drugs*, 47(1), 153-205p.
- Warrier, P. K. (1993). *Indian medicinal plants: a compendium of 500 species* (Vol. 5): Orient Blackswan.
- Wei, A., & Shibamoto, T. (2010). Antioxidant/lipoxygenase inhibitory activities and chemical compositions of selected essential oils. *Journal of agricultural and food chemistry, 58*(12), 7218-7225p.
- Xiang, H., Zhang, L., Yang, Z., Chen, F., Zheng, X., & Liu, X. (2017). Chemical compositions, antioxidative, antimicrobial, anti-inflammatory and antitumor activities of Curcuma aromatica Salisb. essential oils. *Industrial crops products*, *108*, 6-16p.

Zareiyan, F., Rowshan, V., Bahmanzadegan, A., & Hatami, A. (2018). Gontscharovia popovii, a new source of carvacrol, its polyphenolic constituents, essential oil analysis, total phenolic content and antioxidant activity. *Natural product research*, *32*(23), 2852-2855p.